

ESTRUTURAS DE SOLOS  
MÉTODOS DE OBSERVAÇÃO


Mário Márcio Alvarenga.

TESE SUBMETIDA AO CORPO DOCENTE DA COORDENAÇÃO  
DOS PROGRAMAS DE PÓS-GRADUAÇÃO DE ENGENHARIA DA  
UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO DE JANEIRO COMO PAR  
TE DOS REQUISITOS NECESSÁRIOS PARA A OBTENÇÃO  
DO GRAU DE MESTRE EM CIÊNCIA (M.Sc.)

Aprovada por:

  
Prof. Jacques de Medina - Presidente

  
Prof. Willy A. Lacerda

  
Prof. Márcio Miranda Soares

RIO DE JANEIRO  
ESTADO DA GUANABARA-BRASIL  
DEZEMBRO DE 1974

aos meus pais e  
minha esposa.

AGRADECIMENTOS

Ao Prof. Fernando Emmanuel Barata por ter me ensinado o caminho da Mecânica dos Solos.

Ao Prof. Jacques de Medina pela orientação e incentivo.

Ao Prof. Willy Lacerda pela grande amizade.

A direção do Programa de Metalurgia da COPPE por ter permitido usar o microscópio eletrônico de varredura.

Ao técnico Roberto Cesar de Faria Joia por ter operado o microscópio eletrônico de varredura.

Ao Conselho Nacional de Pesquisas pelo apoio financeiro.

## RESUMO

O presente trabalho apresenta o estudo de estruturas de solos. Esse estudo está dividido em duas partes.

A primeira parte apresenta um levantamento bibliográfico dos métodos comumente usados para observação de teceduras ("fabric"). Essa parte se sub-divide em outras duas, assim denominadas:

- métodos indiretos.
- métodos diretos.

Na parte dos métodos indiretos é mostrado o uso de propriedades físicas como permeabilidade, resistência ao cisalhamento, etc.

Na parte dos métodos diretos é mostrado o uso da microscopia ótica, da difração de raios X, da microscopia eletrônica de varredura e da microscopia eletrônica de transmissão. Nessa parte é dada ênfase principalmente aos métodos de preparo de amostras.

Finalmente é concluído que a microscopia eletrônica de varredura mais a microscopia ótica representam o melhor

método para estudo de teceduras.

A segunda parte apresenta um estudo de teceduras de seis solos através da microscopia eletrônica de varredura. Nessa parte também são mostrados alguns defeitos encontrados no preparo de amostras.

ABSTRACT

The present dissertation is concerned with the study of soil structure. This study is divided in two parts.

In the first part a literature review on the existing methods for the observation of soil fabric is made. This part is itself sub-divided in two other parts:

- indirect methods.
- direct methods.

In the indirect methods, the use of the principal properties of soil, such as permeability, shear strenght, etc. is shown.

In the direct method's part, the use of optical microscopy, X-Ray diffraction, scanning electron microscopy and transmission electron microscopy is described with special emphasis on the methods for the preparation and handling of the samples.

It is concludes that scanning electron microscopy together with optical microscopy is the best method for the study of soil fabric.

The second part presents a study of the fabric of six soils using a scanning electron microscope. Examples of some common defects due to improper sample preparation are also shown.

ÍNDICE

	<u>PÁG.</u>
INTRODUÇÃO GERAL .....	1
PRIMEIRA PARTE - MÉTODOS DE OBSERVAÇÃO .....	4
CAP. I - INTRODUÇÃO .....	5
CAP. II - MÉTODOS INDIRETOS .....	7
CAP. III - MÉTODOS DIRETOS .....	13
CAP. IV - MICROSCOPIA ÓTICA	
4.1 - Generalidades .....	14
4.2 - Preparo da Amostra .....	20
4.2.1 - Geral .....	20
4.2.2 - Substâncias Impregnantes .....	20
4.2.3 - Carbowax 6.000 .....	23
4.2.3.1 - Tamanho dos Blocos para Impreg nação .....	23
4.2.3.2 - Técnica de Impregnação .....	24
4.2.3.3 - Interação entre Partícula e Carbowax 6.000 .....	26
4.2.3.4 - Perturbações causadas a Amos- tra durante a Impregnação ....	26



	<u>PÁG.</u>
4.2.3.5 - Preparo da Lâmina Fina .....	28
4.2.3.6 - Perturbações causadas a Amos- tra durante o Desbaste .....	30
4.3 - Métodos de Observações .....	32
4.4 - Vantagens e Desvantagens da Microscopia Ótica ..	37
 CAP. V - DIFRAÇÃO DE RAIOS X	
5.1 - Generalidades .....	39
5.2 - Métodos de Observação .....	42
5.3 - Preparo da Amostra .....	47
5.3.1 - Preparo da Amostra a Analizar .....	48
5.3.2 - Preparo de Amostra com Partículas Per- feitamente Orientadas .....	50
5.3.3 - Preparo de Amostras com Partículas sem Orientação .....	51
5.4 - Vantagens e Desvantagens da Difração de Raios-X	53
 CAP. VI - MICROSCOPIA ELETRONICA DE VARREDURA	
6.1 - Generalidades .....	55
6.2 - Preparo da Amostra .....	59
6.2.1 - Geral .....	59
6.2.2 - Dissecção da Amostra .....	60

6.2.3 - Métodos de Pré-Tratamento da Amostra ...	61
6.2.3.1 - Secagem em Estufa .....	62
6.2.3.2 - Secagem ao Ar .....	63
6.2.3.3 - Substituição e Secagem .....	64
6.2.3.4 - Congelamento e Secagem .....	68
6.2.3.5 - Secagem Super-Crítica .....	77
6.2.4 - Variações das Dimensões da Amostra Duran <u>te</u> os Diversos Processos de Preparo ....	80
6.2.5 - Preparo da Superfície da Amostra a ser Observada .....	81
6.2.5.1 - Fraturamento .....	83
6.2.5.2 - Descascamento .....	85
6.2.6 - Cobertura da Amostra .....	87
6.3 - Preparo de Material Disperso .....	88
6.4 - Observação de Amostras - Algumas Recomendações .	89
6.5 - Método de Obtenção de Fotografias Estereoscópi- cas .....	90
6.6 - Vantagens e Desvantagens da Microscopia Eletrôni <u>ca</u> de Varredura .....	92

## CAP. VII - MICROSCOPIA ELETRONICA DE TRANSMISSÃO

7.1 - Generalidades .....	94
7.2 - Preparo da Amostra .....	97
7.2.1 - Geral .....	97
7.2.2 - Seções Ultra - Finas .....	98
7.2.2.1 - Substancias Impregnantes ....	98
7.2.2.2 - Interação entre Substancias Impregnantes e Partículas do Solo .....	108
7.2.2.3 - Variações das Dimensões da A- mostra Tratada com Substancias Estabilizadoras .....	109
7.2.2.4 - Microtomia das Amostras .....	110
7.2.2.5 - Defeitos das Seções Ultra-Fi- nas .....	111
7.2.3 - Replicas .....	114
7.2.3.1 - Preparo da Replica .....	116
7.2.3.2 - Limitações da Replica .....	119
7.3 - Vantagens e Desvantagens da Microscopia Eletro- nica de Transmissão .....	120

CAP. VIII - CONCLUSÕES .....	123
------------------------------	-----

## SEGUNDA PARTE - OBSERVAÇÃO DE AMOSTRAS.

CAP. I - INTRODUÇÃO .....	125
---------------------------	-----

	<u>PÁG.</u>
CAP. II - INSTRUMENTAÇÃO E MÉTODOS .....	126
CAP. III - CAULIM .....	128
CAP. IV - ARGILA PERUANA .....	147
CAP. V - AREIA DO METRÔ .....	162
CAP. VI - SOLO RESIDUAL DE BASALTO .....	181
CAP. VII - MASSAPÊ .....	203
CAP. VIII - FOLHELHO .....	219
CAP. IX - CONCLUSÃO E RECOMENDAÇÃO .....	233
BIBLIOGRAFIA .....	234

## INTRODUÇÃO GERAL

A importância da natureza físico-química dos constituintes do solo se fez notar desde os primeiros trabalhos de Terzaghi na busca da compreensão do comportamento dos solos. Para tal, a Mecânica dos Solos teve que se apoiar em outras áreas da ciência para conhecer os materiais que constituem o solo e os tipos de interações entre eles. Assim, a Química dos Cristais, a Química Coloidal, a Química Inorgânica, a Mineralogia, a Sedimentologia e a Geologia tem contribuído bastante neste sentido. Denominou-se de "Tecnologia dos Solos" (Lambe, 1959), a aplicação destas áreas da ciência para elucidação do comportamento dos solos para fins de engenharia. Com o auxílio destas áreas da ciência tem-se elucidado a natureza, as propriedades e a estrutura da água adsorvida; a resistência dos contatos entre partículas; a natureza da coesão verdadeira; as estruturas dos solos; etc. Baseando-se nesses fatores fundamentais, tem-se aprimorado o conhecimento do comportamento dos solos como mostrado, por exemplo, nos trabalhos sobre permeabilidade (Olson, 1960), estrutura e resistência de solos compactados (Seed, Mitchell e Chan, 1960), fenômenos físico-químicos dos solos (Rosenquist, 1959), expansibilidade e forças entre partículas (Bolt, 1956), estruturas dos solos inorgânicos e dos solos compactados (Lambe, 1953 e 1958), água adsorvida (Martin, 1960), resistência ao cisalhamento relacionada a forças entre partículas (Trollope, 1960), teceduras de solos (diversos trabalhos), tixo

tropia de solos (Mitchell, 1960), sensibilidade dos solos (Mitchell e Houston, 1969), pressão neutra (Mitchell, 1960) e adensamento (Leonards e Altschaeffl, 1964).

A estrutura dos solos é uma das propriedades mais importantes no comportamento dos solos. Nela se incluem todos os fatores, tanto na escala macroscópica como nas escalas microscópica, molecular e atômica, determinantes do comportamento dos solos.

Faremos a distinção entre textura, tecedura ("fabric") e estrutura, pois é muito frequente o uso confuso desses conceitos. Entretanto, deve-se notar que para a Pedologia, Geologia e Mecânica dos Solos, estes conceitos são definidos diferentemente (Brewer, 1964). Para a Mecânica dos Solos temos:

Textura do solo - define a forma e o tamanho das partículas sólidas.

Tecedura do solo - define a forma, tamanho, arranjo e espaçamento das partículas sólidas, como também a forma, tamanho e distribuição dos poros. A textura é um elemento da tecedura. A tecedura é que tem sido observada através instrumentos apropriados.

Estrutura do solo - é uma propriedade do solo responsável pela sua integridade (Yong e Sheeran, 1973). Nela se incluem a composição mineralógica e as propriedades elétricas das partículas, como também suas formas, tamanhos e arranjos; tamanhos, formas e distribuição dos poros; natureza e propriedade das fases gasosa e aquosa; forças de interação entre as três fases. Assim a tecedura é um elemento da estrutura.

## PRIMEIRA PARTE

MÉTODOS DE OBSERVAÇÃO



## CAPÍTULO I

INTRODUÇÃO

A estrutura dos solos tem sido objeto de estudo desde os primeiros dias da Mecânica dos Solos.

Terzaghi (1925) e Casagrande (1932) foram os primeiros a apresentarem modelos estruturais, para solos sedimentares. O modelo criado por Terzaghi, denominado estrutura "honey comb", supõe que as partículas estão ligadas nos seus contatos por forças bastante fortes. Casagrande assumiu o mesmo modelo de Terzaghi e acrescentou que os arranjos tipo "honey comb" situados em pequenos espaços entre partículas de silte eram bastante comprimidos enquanto que os demais eram muito pouco comprimidos. Esses modelos foram baseados na hipótese de que os fatores dominantes para sua formação eram a maneira de deposição e a constituição eletroquímica do ambiente de deposição. Do mesmo modo Lambe (1953), Van Olphen (1963) e Tan (1957) apresentaram modelos baseados nas propriedades físico-químicas dos constituintes do solo. Entretanto, cabe ressaltar, que o último foi o primeiro a apresentar um modelo tri-dimensional de arranjo de partículas.

Recentemente o estudo das estruturas dos solos tem sido muito ajudado pelas observações das teceduras dos solos.

Os métodos de estudo de teceduras dos solos podem ser divididos em dois grupos:

- métodos indiretos.
- métodos diretos.

Os métodos indiretos se baseiam na medição da variação de propriedades que se conhece ser função da tecedura do solo.

Os métodos diretos, como o próprio nome diz, consistem na observação direta da tecedura através de instrumentos adequados.

## CAPÍTULO II

MÉTODOS INDIRETOS

Os métodos indiretos de estudo de teceduras de solos se baseiam na medição da variação de propriedades com a mesma. Desde que se saiba que uma determinada propriedade varia com a tecedura, os valores dessa propriedade devem variar quando a medida é feita em diversas direções. Então a variação da propriedade com a direção fornece um grau de anisotropia do material. Para um material com tecedura não orientada, é de se esperar que qualquer propriedade não varie em qualquer direção. Por outro lado, um material que possui uma tecedura com uma orientação preferencial em uma determinada direção, qualquer propriedade medida em diversas direções em relação a orientação preferencial possuirá uma variação nos seus valores.

A quantificação do grau de anisotropia de um material em relação a uma determinada propriedade é dada pela relação entre os valores máximo e mínimo obtidos. Um grau de anisotropia unitário corresponde a não variação da propriedade com a tecedura.

Existem várias propriedades físicas que podem ser usadas para medição do grau de anisotropia. Dentre elas podemos citar:

- velocidade do som.
- condutividade elétrica.
- resistência ao cisalhamento.
- permeabilidade.

Laughton (1954), citado em Tovey (1970), mediu a variação da velocidade do som na direção paralela e perpendicular a direção da aplicação da carga em amostras adensadas uni-dimENSIONALMENTE. Constatou que a velocidade do som era maior na direção perpendicular a direção da aplicação da carga.

Duncan e Seed (1966) fizeram estudo de anisotropia e reorientação de tensões em amostras de argila. Essas amostras foram cortadas em diferentes direções de amostras maiores que inicialmente foram adensadas uni-dimENSIONALMENTE e depois pré-adensadas anisotropicamente. Verificaram a variação da resistência ao cisalhamento com a direção.

Mitchell (1956) fez medição da permeabilidade nas direções horizontal e vertical em diversas amostras indeformadas e amolgadas na umidade natural e depois comprimidas até  $2,0 \text{ kg/cm}^2$ , com a finalidade de avaliar a anisotropia do material. Explica o acréscimo da relação entre a permeabilidade horizontal e a vertical com o acréscimo da orientação de partículas com a horizontal, através da diferença de tortuosidade dos caminhos per

corridos pela água. Isto é, numa amostra com partículas orientadas perpendicularmente a direção do fluxo, a água tem que percorrer um caminho mais tortuoso que o caminho percorrido pelo fluxo na mesma direção da orientação das partículas.

Olsen (1960) estudou as discrepâncias existentes entre os valores do fluxo de água em meios porosos fornecidos por uma equação, que consiste da lei de Darcy e da equação de Kozeny-Carman, e os valores obtidos experimentalmente. Como sabemos, essa equação é baseada nas seguintes hipóteses: validade da lei de Darcy, o fluxo obedece a lei de Poiseuille, constância da tortuosidade dos canais de fluxo e o tamanho dos poros é constante. Como é universalmente sabido, para gradientes hidráulicos pequenos, a lei de Darcy não é válida para algumas argilas. Estudou o efeito da interação entre o fluxo viscoso e o fluxo elétrico existente entre partículas de argila, como um processo de diminuição do fluxo predito pela lei de Poiseuille. A alta viscosidade da água que envolve as partículas foi levada em conta como também um fator de diminuição do fluxo predito pela lei de Poiseuille. Nenhum desses fatores foi comprovado ser tão importante para explicar por si só as discrepâncias encontradas. A influência da tortuosidade dos caminhos percorridos pelo fluxo foi levada em conta para comparar com o valor constante assumido pela equação de Kozeny-Carman. Para ratificar a sua conclusão de que a tortuosidade também não é um fator tão importante para explicar as discrepâncias encon-

tradas, pré-adensou amostras de caulinita cujas pressões variaram entre 4 atm e 256 atm e também usou amostras da "Boston Blue Clay" que são pré-adensadas da ordem de 200 atm. Fez ensaios de permeabilidade nas direções perpendicular e paralela a direção da compressão. Para amostras de caulinita, a relação entre a permeabilidade horizontal e a vertical variou entre 1,3 e 1,7. Para o outro material, a relação variou entre 0,9 e 4,0. Para estudar somente a influência da tortuosidade no fluxo, admitiu um modelo de arranjo de partículas e calculou a relação entre a permeabilidade horizontal e a vertical. Assim obteve para a caulinita uma relação variando entre 1 e 20 e para o outro material a relação variou entre 1 e 100. Como a discrepância é muito grande entre os valores medidos e os calculados, então, conforme já falamos, a tortuosidade dos caminhos do fluxo não é um fator tão importante nas discrepâncias encontradas. Finalmente, o fator mais importante nas discrepâncias encontradas é a não constância dos tamanhos dos poros existentes. Para esse estudo considerou as partículas grupadas em grumos onde existem no solo dois tipos de poros: os poros entre partículas de um grumo de partículas (intra-poros) e os poros existentes entre grumos de partículas (inter-poros). Explica as discrepâncias entre os valores medidos do fluxo e dos preditos (calculados pela equação) em termos desse modelo de agrupamento de partículas.

Mitchell e Arulanandan (1968) mediram a variação

das características elétricas de amostras de argila em função dos fatores que determinam a estrutura do material. Os fatores estudados foram: tamanho de partícula e sua distribuição, teor de umidade, orientação de partículas, concentração eletrolítica, tipos de eletrólitos, temperatura e as características superficiais das partículas. Quando uma corrente alternada é aplicada em sistemas argila-eletrólitos, as características elétricas do sistema são manifestadas através a medição da resistência elétrica e da capacitância. Tanto a resistência elétrica como a capacitância podem ser convertidas em constante dielétrica e em condutividade, através de relações físicas. Assim com a aplicação de uma corrente alternada ocorre uma polarização instantânea das cargas na vizinhança das partículas devido a tendência delas acompanharem as alternações da corrente. Essa oscilação das cargas produz uma corrente de polarização. O produto do deslocamento médio das cargas pelo número de cargas por volume unitário é igual a polarizabilidade do meio que é refletido na constante dielétrica. A condutividade e a constante dielétrica são funções da frequência da corrente alternada aplicada. O valor da dispersão dielétrica mede o valor da polarização que se desenvolve somente na zona de baixas frequências. A frequência característica, que é a frequência onde ocorre a queda da constante dielétrica, é controlada pela distância que as cargas podem se mover, pela facilidade desse movimento e pelo tamanho das cargas. Essa frequência será tanto maior quanto mais facilmente as cargas acompanham as alter-

nações do campo elétrico. A variação dessas características elétricas foram medidas em amostras cilíndricas, de dois tipos de caulinita, que foram cortadas nas direções perpendicular e paralela a direção do adensamento uni-dimensional de amostras maiores. Quando a corrente é aplicada na direção do eixo das amostras perpendiculares a direção do adensamento, as cargas podem se movimentar com maior facilidade do que quando a corrente é aplicada na direção do eixo de amostras paralelas a direção do adensamento. Então o valor da dispersão elétrica é menor para o último caso. Por outro lado, a distância do deslocamento das cargas é menor no primeiro tipo de amostras que no segundo tipo, então o valor da frequência característica é menor para o primeiro tipo de amostras.

A principal característica dos métodos indiretos de estudo de teceduras é o fornecimento de um grau de anisotropia que é válido para toda a amostra.

As principais vantagens da maioria desses métodos são: permitir o estudo da tecedura sem destruir o material e fornecer expressões quantitativas da variação das propriedades com a tecedura. Por outro lado esses métodos não permitem um estudo das variações locais da tecedura.



## CAPÍTULO III

MÉTODOS DIRETOS

Conforme já dissemos, os métodos diretos consistem na observação direta de teceduras através de instrumentos adequados.

Os métodos diretos de observação compreendem:

- microscopia ótica.
- difração de raios X.
- microscopia eletrônica de varredura.
- microscopia eletrônica de transmissão.

No presente trabalho, essa parte consiste de um levantamento bibliográfico dos métodos de observação de teceduras onde é dado ênfase principalmente aos métodos de preparo das amostras a serem observadas. Nas partes de microscopia eletrônica de varredura e de transmissão nos baseamos principalmente nos trabalhos de Tovey (1970) e Smart (1966), respectivamente.

## CAPÍTULO IV

### MICROSCOPIA ÓTICA

#### 4.1 - GENERALIDADES

A maioria dos minerais transparentes são ótica-mente anisotrópicos, isto é, a luz ao atravessá-los é duplamente refratada em dois raios que vibram em planos que são aproximadamente perpendiculares entre si. Essa dupla refração é chamada birrefringência, pois esses dois raios possuem índices de refração distintos. Por outro lado, os minerais transparentes amorfos e os que se cristalizam no sistema isométrico (cúbico) não apresentam birrefringência.

Na direção do eixo ótico qualquer mineral é isotrópico, entretanto em qualquer outra direção, a maioria dos minerais é anisotrópico. Conforme já falamos, a luz ao atravessar os minerais anisotrópicos sofre dupla refração. Então a luz se polariza em dois raios que vibram em planos perpendiculares entre si e além do mais, um dos raios vibra num plano perpendicular ao eixo ótico e o outro vibra num plano paralelo ao eixo ótico. O raio que vibra perpendicularmente ao eixo ótico é denominado raio ordinário e o raio que vibra paralelamente ao eixo ótico é denominado raio extraordinário.

Para o estudo de mineralogia e de tecedura de solos deve-se trabalhar com o microscópio ótico de luz polarizada. A luz polarizada é produzida por um prisma Nicol situado na parte inferior do microscópio. A luz ao incidir nesse prisma, se polariza nos dois raios, ordinário e extraordinário. No interior do prisma o raio ordinário sofre reflexão total e o raio extraordinário se transmite, emergindo do prisma com um pequeno desvio. Assim a luz emergente do prisma está plano polarizada.

O microscópio ótico de luz polarizada além de possuir um prisma Nicol inferior, que é a fonte de luz plano polarizada, possui outro prisma situado na parte superior, que é o analisador. Os nicois superior e inferior possuem seus planos de vibração perpendiculares entre si. O nicol inferior é fixo e o superior é móvel, podendo entrar ou sair, através um braço próprio para esse comando. Normalmente o microscópio é utilizado com os prismas nicol cruzados, isto é, com seus planos de vibração perpendiculares.

A maioria dos minerais transparentes ao ser observada em microscópio com os nicois cruzados produz uma série de cores de interferência enquanto que os minerais que se cristalizam no sistema cúbico e os minerais amorfos produzirão um escurecimento, da mesma forma como na ausência de qualquer mineral no microscópio. Além do mais, os minerais anisotrópicos podem, em

determinadas posições, se escurecerem. É da propriedade dos minerais anisotrópicos apresentarem cores de interferência e escurecimento para determinadas posições que se tira maior partido para estudo de mineralogia e de teceduras de solos. Então iremos nos deter um pouco no estudo dessa propriedade.

A luz plano polarizada proveniente do nicol infe-rior ao penetrar nos diversos minerais da lâmina de solo, cada mineral resolve essa luz nos raios ordinários e extraordinários que estão polarizados normalmente. Então, como cada mineral tem sua maneira própria de resolver a luz, haverá uma grande quanti-dade de direções para os raios ordinários e extraordinários, sendo que eles sempre serão perpendiculares entre si, para o mesmo mineral. Além do mais, os dois raios se defasam em relação ao outro nos seus planos, com velocidades diferentes dentro de cada mineral. Essa defasagem entre o raio ordinário e extraordinário é função da espessura da seção mineral e dos índices de refração de cada mineral. Em consequência, quando as duas séries de raios emergem de cada mineral, uma está defasada em relação a outra. No analisador (nicol superior) essas duas séries de raios se defa-zam em linha reta e continuam vibrando perpendicularmente. Então, no analisador esses dois raios são resolvidos em um único plano e emergem dele vibrando nesse único plano, mas conservam a dife-rença de fase que teve origem no mineral. Consequentemente, os raios ordinários e extraordinários ao saírem do analisador se

encontram em situação de interferência, ocorrendo a formação das diversas cores de interferência. O tipo da cor de interferência produzido depende da espessura da seção mineral, da direção em que se fez essa seção, da natureza do mineral, do tipo de luz utilizada (monocromática ou policromática) e da quantidade da diferença de fase entre as séries de raios ordinário e extraordinário. A diferença de fase é função da retardação entre as duas séries de raios e do comprimento de onda da luz usada. Por outro lado, a retardação é função da espessura da seção mineral e da diferença entre os índices de refração dos raios ordinários e extraordinário. Como falamos logo acima, as cores de interferência são também função do tipo de luz utilizada. A luz monocromática produz bandas de interferência claras e escuras, enquanto que a luz branca ou policromática fornece cores de interferência composta das diferentes cores do espectro visível. As cores de interferência são grandes ferramentas para estudo dos minerais. Para estudo dos minerais também se tira partido da propriedade que possuem os minerais anisotrópicos de apresentarem intensidades diversas das cores de interferência para diferentes posições do mineral e até chegarem a se escurecerem em outras posições. Assim, se a seção mineral está situada de maneira que os planos de vibração dos raios ordinário e extraordinário são paralelos aos planos de vibração dos nicóis, a luz não atravessará o analisador e o mineral aparecerá escuro. Nessa situação, o mineral é dito estar em posição de extinção. Entretanto, ao girarmos a seção do mineral para uma posição, que não precisa ser muito longe da anterior, a

luz atravessará o analisador e o mineral aparecerá com sua cor - respondente cor de interferência.

A determinação da direção dos planos de vibração dos dois raios em um mineral anisotrópico é interessante devido se poder determinar a posição do mineral na lâmina. Conforme já mencionamos, esses dois raios possuem índices de refração distintos. O raio que tem menor índice de refração é o raio rápido e o que tem maior índice de refração é o raio lento ( $v = V/n$ ). Para identificação e determinação das direções de vibração dos raios rápido e lento, os nicois devem estar cruzados. Esse estudo é feito através o conhecimento da posição de extinção e de máxima interferência da luz transmitida e com o auxílio de lâminas acessórias, geralmente de mica. Quando um mineral está na posição de escurecimento, as direções de vibração dos raios lento e rápido são conhecidas pois são paralelas aos planos de vibração dos nicois. E como se sabe que as direções dos planos de vibração dos nicois são paralelos aos traços perpendiculares em forma de cruz existentes na ocular, logo na posição de extinção os planos de vibração dos raios lento e rápido são paralelos a essa cruz, então as direções ficam conhecidas. Agora, para se determinar qual dos dois raios é o lento ou o rápido, o mineral é levado da posição de extinção para a de máxima interferência. Com o mineral situado nessa última posição, coloca-se no tubo do microscópio a lâmina acessória de mica com a direção de vibração do raio lento

(vem marcado na lâmina) paralela a uma das direções de vibração do mineral. Então, se a ordem da cor de interferência do mineral aumenta, essa direção é paralela a da vibração do raio lento, em caso contrário, ou seja a ordem da cor de interferência diminui, essa direção é paralela a da vibração do raio rápido. Quando a direção de vibração do raio lento do mineral é paralela a maior dimensão cristalográfica, diz-se que o mineral tem elongação positiva. Em caso contrário, quando a direção de vibração do raio lento é paralela a menor dimensão cristalográfica, o mineral é dito ter elongação negativa. Estes dois tipos de elongação são normalmente denominados maior-lento ("length-slow") e maior-rápido ("length-fast"), ou seja:

- maior-lento - indica que a direção de vibração do raio lento é paralela a maior dimensão cristalográfica do mineral.
- maior-rápido- indica que a direção de vibração do raio rápido é paralela a maior dimensão cristalográfica do mineral.

A determinação da direção dos raios lento e rápido é de grande importância no estudo de tecedura, pois se conhecendo o tipo de elongação do mineral em estudo, sabe-se a sua posição na lâmina.

## 4.2 - PREPARO DA AMOSTRA

### 4.2.1 - Geral

O preparo da amostra de solo para ser observada em microscópio ótico compreende as seguintes fases:

a) corte do bloco do material nas dimensões e direção desejada.

b) impregnação do bloco com substâncias cimentantes.

c) preparo da lâmina fina - desbaste do material e montagem em lâmina de vidro.

A seguir, estas três etapas não serão consideradas nesta ordem. Trataremos inicialmente das diversas substâncias impregnantes que tem sido usadas em solos. Dentre os produtos cimentantes usados, o Carbowax 6.000 tem mostrado um grande desempenho. Então, para esse produto, as técnicas de preparo da a mostra serão tratadas conforme esquematizado acima.

### 4.2.2 - Substâncias Impregnantes

O material para ser observado em microscópio ótico tem que ter uma espessura tal que seja transparente ao feixe



de luz do microscópio. Para se atingir essa espessura, o material é tratado por processos mecânicos. Como esses processos são violentos, a amostra não os suporta. Em consequência, a amostra teria sua tecedura bastante perturbada e até poderia se desintegrar. Então, torna-se necessário tratar a amostra com agentes cimentantes que mantenham a sua integridade quando submetidas aos processos mecânicos. Esses agentes cimentantes impregnam a amostra de tal maneira que substituem a água dos poros.

As propriedades básicas que essas substâncias devem ter, são:

- serem capazes de produzir uma matriz a mais rígida possível, fornecendo a amostra uma resistência suficiente aos processos mecânicos.
- serem, de preferência, miscíveis na água.
- possuírem viscosidade suficientemente baixa para que possam penetrar nos poros.
- causarem o mínimo de perturbação a amostra durante todas as etapas da impregnação.
- não atacarem os constituintes do solo.
- terem um índice de refração bem próximo do índice de refração médio do material, ou seja, aproximadamente igual a 1,54.

É muito comum uma determinada substância impregnante não ser miscível na água. Então, usa-se, anteriormente, substituir a água dos poros por substâncias que nela sejam miscíveis de tal maneira que o produto químico cimentante seja miscível nessas substâncias que substituíram a água.

Provavelmente, o primeiro material usado com sucesso para endurecimento de materiais friáveis e solos, sem perturbar a sua tecedura, foi um plástico conhecido por Kollolith (Ross, 1924; Kubiena, 1938). Entretanto, a sua principal desvantagem seja a necessidade de ser aquecido a temperaturas elevadas, da ordem de  $150^{\circ}\text{C}$ , que é prejudicial a tecedura do solo.

Bálsamo do Canadá que é muito empregado na colagem de seções finais de rocha, não é próprio para impregnação de solo pois o material se deteriora com o tempo.

Baguelite (Legett, 1928) e a resina Marco SB 28C, que são acetatos polivinílicos, não são muito apropriados pois possuem índice de refração bem superior a 1,54.

A resina Phoryl nº 3 e Santolite (Rowland, 1954) não são muito apropriados por se recrystalizarem.

Lakeside 70 (Darymple, 1957), que é um cimento termoplástico, foi usado com bastante êxito em mais de duzentas lâminas de solo.

Carbowax 6000 tem sido muito usado, atualmente, para impregnação de solo. Mitchell (1956) foi o pioneiro no seu uso para estudo de teceduras de solos sedimentares indeformados e amolgados. Devido ao seu grande desempenho como estabilizador de amostras de solos, para a finalidade de preparo de seções finas, nos deteremos bastante na técnica de sua utilização.

#### 4.2.3 - Carbowax 6000

Esse produto é composto de polietileno glicol, possui alto peso molecular, é duro a temperatura ambiente, se funde numa temperatura aproximada de 60°C e nessa temperatura possui uma viscosidade bastante satisfatória, tornando-o capaz de penetrar nos poros do material. O produto fundido ao entrar em contato com a água, forma uma mistura uniforme por difusão.

##### 4.2.3.1 - Tamanho dos blocos para impregnação.

A experiência de vários pesquisadores mostrou que os blocos para impregnação devem ser cortados com cortadores de arame fino, em amostras de preferência saturadas, até dimensões da ordem de 10mmx5mmx2mm. Tendo em vista que essas dimensões

foram adotadas em materiais constituídos principalmente de argilas, muitas vezes argilas constituídas de um só mineral argílico, preparadas em laboratório, acredita-se que dimensões maiores devem ser usadas em materiais naturais para que durante o corte não haja perturbação da amostra e não se corra o risco da quebra do material ao se encontrar uma partícula maior. Por outro lado, os blocos não devem ter dimensões grandes pois dificultam a impregnação, como será visto adiante, arriscando-se a não se conseguir a penetração do produto cimentante na parte central da amostra. Consequentemente, recomenda-se que o bloco tenha dimensões da ordem de:

40mm x 20 mm x 10mm.

#### 4.2.3.2 - Técnica de impregnação.

Desde a primeira técnica proposta para utilização do produto, muito pouco ela tem se modificado. Atualmente usa-se a seguinte técnica:

1ª) colocar o produto em quantidade suficiente dentro de um recipiente de vidro, de preferência, levar o conjunto para uma estufa numa temperatura aproximada de 160°C e deixá-lo por três segundos nessa temperatura.

2ª) transferir o conjunto para uma estufa a uma temperatura de  $60^{\circ}\text{C}$ , quando o produto começará a se fundir. Deixar o produto dentro da estufa, a essa temperatura, durante dois ou três dias para que alguma água existente no produto seja evaporada.

3ª) colocar o bloco de solo dentro do produto fundido tomando-se o cuidado para se deixar, durante algumas horas, uma pequena porção do topo do bloco acima da superfície do produto, para facilitar o escapamento de vapores. Logo após, coloca-se mais material fundido no recipiente, de tal maneira que o bloco de solo fique submerso no produto. Nessa situação, o bloco deve permanecer durante três dias, em média, desde que o bloco tenha dimensões da ordem daquelas que foram sugeridas anteriormente. Entretanto esse tempo de impregnação pode variar para outras dimensões do bloco e principalmente com a permeabilidade do solo.

4ª) após o término do tempo de impregnação, a amostra é retirada do produto com bastante cautela e deixada esfriar lentamente até a temperatura ambiente.

Na temperatura ambiente, a amostra enrigecida fica com uma dureza aproximadamente igual a do talco que na escala de Moh corresponde a unidade.

O pré-aquecimento do produto, da maneira feita na primeira etapa da impregnação, tem mostrado proporcionar uma di-

minuição da formação de veios do produto no interior do bloco.

#### 4.2.3.3 - Interação entre partícula e Carbowax 6000:

Segundo Smart (1966), ainda não é completamente entendido a interação entre a matriz formada pelo produto cimentante e as partículas constituintes do solo. Sabe-se, entretanto, que podem estar envolvidas atrações eletrostáticas, ligações primárias, ligações de hidrogênio e forças de Van der Waals, devido a estrutura cristalina dos constituintes do solo e a estrutura molecular do produto estabilizante. Ainda mais, os veios do produto que normalmente se formam no interior da amostra podem ser causados por uma orientação preferencial das moléculas do produto na vizinhança imediata das forças cristalinas. Então, essa camada de moléculas orientadas pode levar as partículas a se afastarem uma da outra formando assim os veios do produto.

#### 4.2.3.4 - Perturbações causadas a amostra durante a impregnação.

Infelizmente, todos os produtos cimentantes que se tem usado para impregnar amostras de solos causam perturbações

na tecedura original da amostra. O Carbowax 6000 causa também perturbações a amostra, como veremos abaixo, mas mesmo assim tem-se mostrado como um dos produtos com melhor desempenho.

Em algumas amostras de solo residual de basalto, que foram impregnadas, observou-se algumas fissuras nos blocos na fase inicial da impregnação. Talvez a causa do aparecimento dessas fissuras, somente na fase inicial, seja devida ao baixo grau de saturação do solo.

Barden e Sides (1971) estimam em menos de 8% a contração linear total, que é admitido não causar mudanças importantes na tecedura do solo.

Morgenstern e Tchalenko (1967, a) registraram uma contração linear média de 8,5%, para blocos de caulinita, na direção perpendicular a orientação preferencial das partículas e uma contração linear média da ordem da metade do valor acima para as outras duas direções perpendiculares.

Tovey (1970) experimentou a variação das dimen-sões de amostras quando impregnadas com o Carbowax 6000. Adensou uni-dimensionalmente caulinita até  $4,0 \text{ kg/cm}^2$  e aliviou posteriormente a pressão até  $0,025 \text{ kg/cm}^2$ . As amostras foram cortadas dessas amostras maiores e as medidas foram tomadas nas direções

vertical e horizontal. Duas amostras foram deixadas no produto durante 17 dias. Logo no início da impregnação, uma amostra apresentou uma contração da dimensão vertical igual a 10% enquanto a outra amostra, para a mesma dimensão, teve uma contração de 6%. A seguir as amostras não apresentaram variação da dimensão vertical, por algum tempo, e depois se expandiam aproximadamente 4% e permaneciam constante até o fim da impregnação. Na fase de endurecimento, uma amostra se expandiu ainda mais e a outra se contraiu bastante. A variação da dimensão horizontal para as duas amostras foi praticamente a mesma. Inicialmente houve uma contração da ordem de 4% e após, as duas amostras apresentavam pequenas expansões e contrações até o final do endurecimento.

#### 4.2.3.5 - Preparo da lâmina fina.

Conforme já falamos, o material para ser observado em microscópio ótico tem que ter uma espessura tal que seja transparente ao feixe de luz do microscópio. Em geral, não se deve ter uma espessura da lâmina maior que dez vezes o poder de resolução desejado. Então, para a microscopia ótica, essa espessura deve ser da ordem de  $30\mu$  a  $40\mu$ .

O preparo das lâminas finas de solo é baseado no preparo de lâminas de rocha, entretanto, algumas modificações devem ser notadas.



Para o desbaste do material usa-se normalmente um disco giratório. A velocidade desse disco deve ser bem melhor que a velocidade usada no preparo de lâminas de rocha. Acredita-se que uma velocidade entre 40 e 60 r.p.m. (rotações por minuto) seja bastante satisfatória. Existem dois tipos de discos que são mais usados para o desbaste. Em um tipo, a superfície é coberta por um papel impregnado com esmeril e o outro tipo deve ter sua superfície bastante lisa onde o pó do agente abrasivo misturado com um líquido lubrificante é passado na sua superfície. O bloco a ser desbastado deve ser primido suavemente com a ponta dos dedos contra o disco giratório. Para qualquer tipo de disco usado, deve-se sempre começar o desbaste com uma granulação grossa passando-se logo após para uma granulação fina do agente abrasivo. Normalmente usa-se um lubrificante no desbaste, pois a temperatura devida ao atrito pode ser alta e derreter o produto cimentante. Entretanto, não se deve usar água como lubrificante, como normalmente é usado no preparo de lâminas de rocha, pois pode ser prejudicial aos minerais argílicos presentes no bloco. Então, tem-se normalmente usado querosene como lubrificante.

O desbaste é feito nas duas faces maiores (40mm x 20mm) do bloco. Inicialmente desbasta-se um pouco uma das faces maiores do bloco para se tirar o material que foi perturbado durante o corte. Após, cola-se essa face numa lâmina de vidro pró-

pria para microscopia ótica, que deve ser cuidadosamente limpa anteriormente. Na colagem deve-se usar um produto que promova a aderência a frio, pois, em caso contrário, o Carbowax 6000 pode derreter. A seguir, passa-se a desbastar a outra face até se atingir uma espessura da ordem de 30  $\mu$  a 40  $\mu$ . Finalmente, cola-se uma lamínula sobre a seção do solo, para protegê-la da manipulação. Assim a seção fina fica pronta para observação.

#### 4.2.3.6 - Perturbações causadas a amostra durante o desbaste.

Afim de constatar a perturbação provocada no desbaste dos blocos impregnados com Carbowax 6000, Tovey (1970) observou em microscópio eletrônico de varredura a superfície de alguns blocos desbastados. Constatou uma reorientação das partículas superficiais.

Barden e Sides (1971) foram mais positivos nessa observação. Prepararam uma pasta de caulinita com teor de umidade igual ao dobro do limite de liquidez e adensaram o material unidimensionalmente até 8,0 Kg/cm<sup>2</sup>. Cortaram blocos de 30mm x 20mm x 10mm que foram impregnados com Carbowax 6000. Desbastaram um pouco as duas faces verticais (20mm x 10mm), da maneira convencional, tal que a perturbação do desbaste tenderia a causar uma

reorientação de  $90^{\circ}$  das partículas de argila na superfície. Testaram o teor de perturbação causado por dois tipos de agente abrasivo e com diâmetro médio variável da partícula abrasiva, conforme mostrado abaixo:

papel esmeril grosso - 86 *M*.

papel esmeril fino - 43 *M*.

pó de carborundo grosso - 82 *M*.

pó de carborundo fino - 18 *M*.

Testaram, também, a perturbação causada no corte por uma serra quando no preparo de uma face vertical.

As duas faces verticais (20mm x 10mm), que foram desbastadas, receberam uma pintura de Araldite afim de protegê-las de perturbações que poderiam ocorrer na etapa seguinte. A seguir, as duas faces maiores (30mm x 20mm) foram desbastadas afim de produzir uma lâmina com espessura da ordem de 30 *M*. Assim a lâmina ficou pronta para ser observada em microscópio ótico de luz polarizada, para se descobrir a profundidade da superfície reorientada, situada abaixo das faces extremas que estavam protegidas por Araldite. Observaram que a zona perturbada era geralmente irregular e obtiveram os seguintes valores inferiores e superiores da profundidade da perturbação causada pelos diferentes agentes abrasivos:

serra de corte - 47 - 16H.

papel esmeril grosso - 9 - 1H.

papel esmeril fino - 2 - 0H.

pó de carborundo grosso - < 1 - 0H.

pó de carborundo fino - < 1 - 0H.

Como para os processos convencionais de desbaste, costuma-se usar agentes abrasivos geralmente finos, vê-se que, com exceção da camada superficial, que é altamente perturbada, a zona pouco reorientada não é muito profunda.

#### 4.3 - MÉTODOS DE OBSERVAÇÃO

O estudo de tecedura de solos se baseia na propriedade que possuem a maioria dos minerais argílicos de serem birrefringentes. Normalmente as partículas de argila não se apresentam individualmente formando teceduras em amostras de solos. Geralmente elas se agrupam formando agregados, então esses agregados exibem também birrefringência. Quanto maior o paralelismo das partículas argilosas, maior será a birrefringência total. Logo, nessa situação, os agregados de partículas podem exibir propriedades óticas semelhantes aquelas da partícula se estivesse isolada.

Como vimos anteriormente, para se poder preparar

lâminas de solo para serem observadas em microscópio ótico, é necessário que a amostra seja estabilizada com produtos cimentantes. Então a birrefringência observada, para o conjunto partícula mais substância impregnante, é composta da birrefringência intrínseca e da birrefringência de forma. Se as partículas e o produto cimentante são birrefringentes, então a birrefringência intrínseca é igual a contribuição das birrefringências dos componentes. Entretanto, se o produto cimentante não é birrefringente só as partículas contribuirão para a birrefringência intrínseca. A birrefringência de forma é devida a forma e a orientação tomada pelas partículas. A birrefringência de forma pode existir mesmo se as partículas e o meio cimentante não forem birrefringentes.

Sabemos que um seção de um mineral anisotrópico, ao ser observada sob nicois cruzados, quando situada numa determinada posição, haverá extinção da luz transmitida quando os planos de vibração dos raios ordinário e extrarodινόrio forem paralelos aos planos de vibração dos nicois. Entretanto, se girarmos a seção do mineral para outras posições, começará haver transmissão de luz e o material aparecerá com sua correspondente cor de interferência. Desta forma o mineral pode atingir uma posição de máxima intensidade de luz transmitida. No caso de observação de uma lâmina de solo, sob nicois cruzados, se constatará, para uma determinada posição da lâmina, a existência de algumas regiões da lâmina que são muito iluminadas e outras pouco iluminadas. Se começarmos a girar a lâmina, as regiões que estavam sendo ob-

servadas mudam de posição, então aquelas regiões que estavam muito iluminadas tornam-se menos iluminadas e as regiões que estavam pouco iluminadas tornam-se mais iluminadas. Entretanto, podem existir regiões da lâmina que não variam a intensidade de luz transmitida quando a lâmina é girada. Isto evidencia, pelo exposto anteriormente, que nas regiões onde há variação da intensidade de luz transmitida, as partículas assumem uma determinada orientação preferencial. Por outro lado, nas regiões onde não há variação da intensidade de luz transmitida, as partículas não possuem orientação preferencial.

Desta maneira explicada acima, tem-se abundantemente estudado tecedura de solo, pois, para um determinado campo em observação, a variação da intensidade de luz transmitida entre o máximo e o mínimo fornece uma medida do teor de orientação das partículas.

Mitchell (1956) fez uso desse método para estudo de tecedura em 14 solos argilosos deformados e indeformados. Dentre várias coisas observadas, constatou que a variabilidade entre o tamanho e a intensidade de áreas orientadas, a regularidade e a transição de um campo em observação para outro é maior em argilas indeformadas que em argilas amolgadas, devido a homogeneização da tecedura e aumento da orientação de partículas causa

dos pelo amolgamento.

Smart (1966) usou a mesma técnica anterior fazendo medição da intensidade da luz transmitida, através de microfotômetro acoplado na parte superior do tubo do microscópio. Então, quando a lâmina do material anisotrópico era girada de uma revolução completa, sob nicóis cruzados, registrava-se as quatro intensidades de luz transmitida máximas e mínimas, para um determinado campo fixo em observação. Os conjuntos de leituras obtidos deveriam ser simétricos. Entretanto, observou que muitos conjuntos foram pouco assimétricos. Essa assimetria foi atribuída a defeitos como instabilidade da fonte de luz, erro de centragem do condensador, erro de centragem da objetiva, abertura assimétrica do diafragma íris, etc... Definiu o índice de anisotropia como sendo:

$$A = \frac{I_{\text{máx}} - I_{\text{mín}}}{I_{\text{máx}} + I_{\text{mín}}}$$

onde  $I_{\text{máx}}$  e  $I_{\text{mín}}$  são o somatório das quatro intensidades de luz transmitida máximas e mínimas, respectivamente. Com essa definição usada para o índice de anisotropia, os defeitos falados acima ficam suplantados.

Morgenstern e Tchalenko (1967; a,b,c) usaram a mes

ma técnica de observação de teceduras e fizeram também medição da intensidade de luz transmitida. Baseando-se em modelos assumidos, definiram funções de distribuição das partículas que eram função de um parâmetro denominado grau de orientação. Então a razão de birrefringência definida é computada através dessas funções. Faziam a medição da intensidade de luz transmitida mínima e máxima e a relação entre as intensidades mínima e máxima define a razão de birrefringência. Assim correlacionaram a razão de birrefringência com o grau de orientação das partículas.

Outro método de observação de orientação das partículas é baseado na determinação da direção de vibração do raio lento ou raio rápido. Através de tabelas (por exemplo, Kerr, 1965) pode-se saber se um determinado mineral é maior-lento ou maior-rápido. Sabe-se, por exemplo, que a caulinita é maior-lento ou seja, a direção de vibração do raio lento é paralela a maior dimensão cristalográfica do mineral. Então, com o conhecimento do tipo de elongação de um determinado mineral e com a determinação da direção de vibração do raio lento ou rápido (uma é perpendicular a outra) que é geralmente feito com auxílio de lâminas de mica, sabe-se qual a posição do mineral na lâmina. Entretanto, não se consegue resolver as partículas de argila com microscópio ótico, mas elas se apresentam como agregados que são resolvidos e como os agregados de partículas se comportam oticamente como a partícula isolada, então se consegue obter a posição dos agregados de partículas nu-



ma lâmina do solo. Esse método é muito mais efetivo quando se trabalha com solo constituído de um só mineral argílico.

#### 4.4 - VANTAGENS E DESVANTAGENS DA MICROSCOPIA ÓTICA.

A grande limitação da microscopia ótica para estudo de teceduras de solos é o baixo poder de resolução do microscópio ótico. Como as dimensões da maioria das partículas de argila encontrada nos solos são menores que o poder de resolução conseguido com o instrumento, então não se consegue resolver as partículas de argila individuais e nem tão pouco se consegue uma avaliação da orientação dessas partículas. Somente as partículas maiores são visíveis mas, mesmo assim, torna-se muito difícil conseguir informações dos tipos de contatos entre partículas. Como normalmente as partículas de argila não se apresentam individualmente, pois costumam se agregarem em domínios, então esses domínios tornam-se visíveis, obtendo-se informações de sua orientação. Entretanto, deve-se cuidar para não se confundir esses domínios com partículas maiores e vice-versa.

Uma das vantagens da microscopia ótica é a imagem não ser reduzida, devido a própria estrutura do instrumento. A principal vantagem da microscopia ótica é permitir o estudo de

grandes áreas da amostra. Então recomenda-se que o estudo de tecedura com microscópio ótico seja feito em conjunto com microscópios eletrônicos para se poder buscar determinados detalhes da tecedura que só podem ser conseguidos com esses instrumentos.

## CAPÍTULO V

### DIFRAÇÃO DE RAIOS X

#### 5.1 - GENERALIDADES

Os raios X são normalmente produzidos no interior de tubos de Coolidge. No interior desse tubo, que é altamente evacuado, o catodo é constituído de um filamento de tungstênio, que aquecido eletricamente passa a ser uma fonte de eletrons; na outra extremidade do tubo existe o anodo, que é o alvo metálico. Os eletrons produzidos no catodo são acelerados por um campo elétrico em direção ao anodo onde eles se chocam com o obstáculo metálico. Nesse choque, os eletrons provenientes do catodo, que são dotados de alta energia cinética, cedem essa energia aos eletrons mais internos dos átomos do material do alvo. Então, esses últimos eletrons passam para níveis energéticos mais elevados, mas como esse estado não é de equilíbrio, esses eletrons retornam a um estado energético mais baixo, então nesse retorno esses eletrons emitem a radiação X. Entretanto, nesse choque, aproximadamente 1% somente da energia cinética é transformada em raios X, sendo a restante transformada em calor.

A natureza dos raios X depende do material usado como alvo e da voltagem aplicada, e para cada material existe um valor mínimo da voltagem para que haja a produção dos raios X. En

tão, a partir desse valor mínimo começa a haver a produção do espectro contínuo de raios X. Esse espectro contínuo é semelhante ao da luz branca na parte visível, pois contém todos os comprimentos de onda, dentro da faixa da radiação X, e é também chamado radiação branca. O espectro contínuo é obtido através da desaceleração dos eletrons no alvo. A proporção que a voltagem é aumentada, começa a se superpor ao espectro contínuo, radiações características com intensidades muito maiores, que são constituídas de alguns comprimentos de onda isolados. Essa radiação característica é própria do material do alvo (eletrons retornando a níveis energéticos mais baixos). Costuma-se usar filtros apropriados de tal maneira a se trabalhar com uma radiação X de um só comprimento de onda, ou seja, monocromática. A radiação X possui um comprimento de onda muito pequeno (entre 100Å e 0,20Å) devido as altas energias envolvidas na sua produção, e devido ao seu pequeno comprimento de onda, possui um alto poder de penetração.

O material mais usado como alvo é o cobre, onde a radiação  $K\beta$  é removida através de filtros, usando-se somente a radiação  $K\alpha$ . Entretanto recomenda-se usar a radiação  $K\alpha$  ou do ferro ou do cobalto quando a amostra a ser analisada contiver proporções elevadas de ferro pois, a radiação produzida pelo cobre pode excitar o ferro na produção de radiação fluorescente.

Devido ao alto poder de penetração dos raios X,

quando um feixe atinge um cristal ele penetra nele e é "refletido" não só por um plano atômico do cristal e sim por vários planos paralelos, cada um contribuindo para a "reflexão total". Os diversos raios refletidos dos vários planos atômicos se superporão para produzir intensidades máximas quando as condições de Bragg forem cumpridas.

O método do pó, para estudo cristalográfico, tem sido muito usado devido a pouca quantidade de cristais bem formados e a dificuldade de se dar a orientação precisa que é requerida pelo método de Laue e da rotação. Nesse método o material usado é pulverizado. Para esse método existem dois tipos de equipamentos utilizados para registro dos feixes refletidos pelos cristais que são:

- câmara fotográfica.
- difratômetro de raios X.

Para análise na câmara fotográfica, que possui a forma de um cilindro achatado, o material pulverizado é aglomerado a esmo por um material amorfo em forma de uma agulha muito fina. Essa agulha é colocada no eixo da câmara fotográfica. O feixe de raios X monocromático incide nessa agulha e sofre todas as possíveis difrações. Como o pó é aglomerado a esmo, existe sempre uma grande quantidade de partículas cristalinas cuja orientação em

relação ao feixe satisfaz a lei de Bragg. Esses raios que são di  
fratados impressionam uma fita do filme que é colocada na parede  
da câmara.

Outro equipamento utilizado é o difratômetro de  
raios X. Da mesma forma anterior, o material a ser analisado é  
pulverizado. Esse material é espalhado uniformemente sobre uma  
lâmina (geralmente de vidro) que se adere através um agente ci-  
mentante. O feixe de raios X monocromático provém de uma fonte fi  
xa que atinge a lâmina contendo o material, sofre as difrações  
possíveis e é captado por um sistema coletor, normalmente um tu-  
bo Geiger. Nesse equipamento, enquanto a lâmina gira de um ângu-  
lo  $\theta$ , ângulo de Bragg, o tubo coletor gira de  $2\theta$ . Como na câ-  
mara fotográfica, todas as reflexões possíveis dos planos atômi-  
cos acontecem simultaneamente, mas ao invés deles todos serem re  
gistrados de uma só vez, o tubo capta separadamente cada refle-  
xão. Assim as intensidades dos feixes recebidos são registrados  
num papel, através um plotador. Atualmente, tem-se preferido es-  
se último tipo de equipamento tanto para análise como para estu  
do de teceduras de material argílico..

## 5.2 - MÉTODOS DE OBSERVAÇÕES

Os métodos de observação de orientação de partícu-  
las de argila de uma amostra consistem em comparar a intensidade

medida ou estimada da reflexão de um determinado plano atômico para a amostra com a intensidade da reflexão desse mesmo plano para amostras do mesmo material que foram preparadas com o máximo de orientação de partículas e outras preparadas com o máximo de desorientação das partículas. A intensidade da difração de um determinado plano cristalográfico, para uma argila, é controlada pela concentração de partículas e pela orientação de partículas no volume irradiado. Como as partículas de argila são muito anisotrópicas, tem uma tendência de se gruparem face-face. Então a determinação da orientação de partículas depende da intensidade refletida pelos planos basais. Uma amostra que for preparada de tal maneira que as partículas fiquem com seus planos basais paralelos, a orientação da amostra é quase perfeita. Então, a maioria das intensidades máximas registrada na difração da amostra orientada representa a reflexão dos planos basais e as reflexões dos planos  $(hk0)$  e  $(hkl)$  são quase ausentes. Por outro lado, uma amostra que não apresenta uma grande orientação preferencial, as reflexões dos planos basais serão menos intensas e as reflexões de outros planos cristalográficos serão mais acentuadas que na amostra orientada.

Pode-se definir um índice de orientação das partículas de uma amostra pela relação entre a amplitude da reflexão de um determinado plano, normalmente o plano  $(001)$  e a amplitude

da reflexão de um plano que seja perpendicular ao anterior, ou seja um plano  $(hk0)$ . Esses planos são escolhidos normalmente baseando-se em algumas particularidades da figura de difração obtida do material. Esta relação definida acima é denominada relação de picos (RP) e o seu valor numérico deve ser referido aos valores numéricos da (RP) obtidos para as amostras, do mesmo material, preparadas com o máximo de orientação das partículas e para amostras com alto grau de desorientação.

Meade (1961) estudando orientação de partículas em sedimentos argilosos, pela difração de raios X, usou a relação de picos entre as amplitudes de reflexão dos planos  $(001)$  e  $(020)$ . Esses sedimentos eram constituídos basicamente de partículas de montmorilonita e para tal as reflexões desses planos eram bastante características. De blocos maiores do material cortava três pequenos cilindros de tal forma que as extremidades circulares formavam planos mutuamente perpendiculares, um horizontal (paralelo ao acamamento) e dois verticais. A relação de picos para a seção horizontal era dividida por um valor médio da relação de picos das duas seções verticais. O valor obtido fornece um grau de orientação das partículas na direção horizontal dos planos basais.

Martin (1966) fez estudo de orientação de partículas de caulinita usando um tipo de difratômetro que além de pos



suir o movimento comum, que é o de variação do ângulo de Bragg, possuía também um movimento de rotação em torno do próprio eixo da amostra, um movimento de translação numa direção normal ao feixe de raios X e um movimento de balanço em relação ao feixe. Usou a relação dos picos como sendo a relação entre as amplitudes das reflexões dos planos (002) e 020) para valores do ângulo de rotação e do ângulo de balanço. Esses valores eram plotados em figuras de polo. Esse tipo de estudo é muito trabalhoso quando feito a mão, mas torna-se bastante simples quando esses cálculos são feitos e plotados automaticamente (Borodkina, 1973). As principais razões da escolha dos planos (020), que correspondem a  $2\theta = 19,9^\circ$  e (002), que corresponde a  $2\theta = 24,9^\circ$ , são:

a) as reflexões desses planos são fortes e distintas das outras;

b) as duas reflexões se dão perto uma da outra, então aproximadamente o mesmo volume é irradiado, pois como se sabe a proporção que  $2\theta$  aumenta, a área coberta pelo feixe diminui e a profundidade aumenta.

Diamond (1971) analisando a tecedura de caulim compactado, usou a relação de picos como sendo definida pela relação entre as amplitudes das reflexões dos planos: a) (001) e (020); b) (002) e (020); c) (001) e (060); d) (002) e (060). Definuiu o grau de orientação de partículas da amostra como sendo:

$$G.O. = \frac{\left( \begin{array}{c} \text{índice de orientação} \\ \text{da amostra} \end{array} \right) - \left( \begin{array}{c} \text{índice de orientação da} \\ \text{amostra randômica} \end{array} \right)}{\left( \begin{array}{c} \text{índice de orientação} \\ \text{da amostra orientada} \end{array} \right) - \left( \begin{array}{c} \text{índice de orientação da} \\ \text{amostra randômica} \end{array} \right)}$$

Como já sabemos, o índice de orientação é a relação dos picos para cada definição acima. Como vemos pela expressão, o grau de orientação varia entre um valor nulo para a amostra no estado randômico e um valor unitário para a amostra perfeitamente orientada.

Pode-se trabalhar também com somente a amplitude da reflexão de um só plano, normalmente o plano (001), para se definir a quantidade de orientação de partículas. A amplitude da reflexão assim medida é comparada com as amplitudes das reflexões das amostras com partículas orientadas e com partículas sem orientação.

Yoshinaka e Kazama (1973) trabalharam com um só plano para estudo de teceduras de caulinita compactada. Mediam a amplitude das reflexões do plano (001) ou do plano (002) pois, esses planos produzem reflexões fortes e distintas. Definiram um índice de anisotropia da amostra, que chamaram índice de tecedura, como sendo:

$$I.T. = \frac{H_V W_V}{H_H W_H + H_V W_V}$$

onde  $H_H$  e  $H_V$  são as amplitudes das reflexões das seções horizontal e vertical, respectivamente e  $W_H$  e  $W_V$  são as larguras dos picos das amplitudes medidas na metade da amplitude para seções horizontal e vertical, respectivamente. Então esse índice de tecedura definido pode variar entre zero e a unidade. Um índice de tecedura igual a 0,5 representa uma orientação randômica, enquanto que um índice de tecedura igual a zero indica uma orientação perfeita, paralela ao plano horizontal, e um índice de tecedura igual a unidade representa uma orientação perfeita, paralela ao plano vertical.

Assim vemos que cada um pode definir o índice de orientação de partículas de acordo com as características das reflexões de cada plano do material em estudo e operar com esse índice de uma maneira tal para obter um grau de orientação das partículas.

### 5.3 - PREPARO DA AMOSTRA

Como vimos, para a análise de teceduras pela difração de raios X é necessário que se prepare três tipos de amostras:

- a amostra a analisar.
- uma amostra com partículas perfeitamente orientadas.
- uma amostra com partículas sem orientação preferencial.

Cada tipo de amostra será tratada separadamente a seguir.

#### 5.3.1 - Preparo da amostra a analisar

As amostras a serem analisadas devem possuir a superfície a ser varrida pelo feixe de raios X, a mais plana possível.

Meade (1961) usou amostras que eram secas ao ar e depois a superfície a ser estudada era polida em discos de vidro, sem usar abrasivos. Entretanto, cremos que esse processo de polimento provoca uma grande reorientação das partículas superficiais.

Martin (1966) usou amostras impregnadas com Carbowax 6000. O procedimento adotado na impregnação foi um pouco mais simples que o recomendado na microscopia ótica. Nas amostras endurecidas com o produto fazia-se o desbaste de duas faces opostas para se obter superfícies planas e paralelas, para uma delas ser var-

rida pelos raios X. Entretanto, deve-se tomar cuidado na análise feita com amostras impregnadas pois, normalmente, a amplitude das reflexões diminui. Martin observou a redução de 20% para uma mesma tecedura.

Diamond (1971) usou amostras secas em estufas onde as amostras menores eram cortadas por lâminas para se obter su perfícies planas. Cremos que tanto o processo de secagem em estu fa como o processo de corte provocam bastante reorientação das partículas. Entretanto, ele comparou os resultados obtidos com amostras preparadas dessa forma, com amostras preparadas pelo mé todo usado por Martin, não obtendo discrepâncias significativas entre o seu grau de orientação de partículas para cada tipo de preparo.

Barden e Sides (1971) usaram amostras secas ao ar e as superfícies a serem varridas pelos raios X eram desbastadas da mesma maneira proposta por Meade. Após, essa superfície recebia a aplicação de fita adesiva, repetidas vezes, da ordem de 50 a 100 vezes, para retirar as partículas superficiais reorientadas pelo desbaste. Constatou, também, a reorientação de partículas superficiais se as superfícies fossem somente desbastadas sem serem limpas pela fita adesiva.

### 5.3.2 - Preparo de amostras com partículas perfeitamente orientadas.

Basicamente o preparo de uma lâmina fina de material com partículas orientadas é feito através a deposição por sedimentação ou centrifugação de dispersões do material, sobre lâminas de vidro ou através de algumas gotas da suspensão que é deixada secar sobre a mesma lâmina. Normalmente obtém-se maior orientação quando o preparo é feito com somente uma camada fina do que com uma camada mais espessa obtida por vários estágios. Outro fator que influencia o teor de orientação de partículas obtido é o tipo da argila e seu grau de defloculação ou floculação.

Meade (1961) obteve amostras com partículas orientadas usando a sedimentação das partículas da suspensão. Admitiu que assim as partículas se depositavam com seus planos basais paralelamente.

Perrin (1965) usou um método em que uma quantidade suficiente da suspensão do material era colocada num tubo especial para centrifugação de tal maneira que o agregado tinha uma espessura da ordem de 0,1mm. Esse material era depositado por centrifugação e posteriormente deixado secar vagarosamente.

Martin (1966) usou o método de deixar secar vagarosamente, a uma umidade relativa ambiente de 50%, uma pasta diluída do material ( $5,65\text{g H}_2\text{O/g material}$ ) que era colocada sobre uma lâmina de vidro. Experimentou a variação da orientação de partículas quando preparou amostras pelo método acima, onde algumas amostras do material estavam no estado floculado e outras no estado defloculado. As amostras no estado defloculado possuíam um grau de orientação de partículas muito maior.

Kinter e Diamond (1956) usaram um método em que o material é depositado por centrifugação sobre uma placa porosa de cerâmica, onde o material pode ser lavado com água destilada com auxílio de uma bomba de sucção. Dessa maneira o material pode ser convertido em outras formas catiônicas através a lavagem do material com eletrólitos apropriados.

Os métodos citados acima representam uma pequena parcela dos métodos já utilizados. Podemos ver que a aceitação de uma amostra como tendo partículas perfeitamente orientadas é muito subjetiva, pois cada método oferece um grau de orientação de partículas diferente de cada outro.

### 5.3.3 - Preparo de amostras com partículas sem orientação.

Os métodos de preparo de amostras sem orientação

preferencial de partículas são muito mais críticos que os métodos de preparo de amostras com partículas orientadas pois, conforme já dissemos, há uma tendência geral das partículas de argila se agruparem face-face, com isso não se consegue evitar uma certa orientação de partículas.

O processo mais geral de se obter amostras sem orientação preferencial de partículas consiste em pulverizar uma quantidade suficiente de material sobre a cavidade de lâminas de vidro apropriadas e após alisar a superfície desse material com ação suave, sem pressão sobre o material, de tal maneira a se obter uma superfície plana e no mesmo nível da superfície da lâmina de vidro.

Martin (1966) sugere a obtenção de amostras com partículas sem orientação, jogando-se uma certa quantidade do material em Carbowax 6000 fundido de tal maneira que forme uma mistura material-Carbowax 6000 com uma razão igual a 1:2. Deixa-se a mistura permanecer nesse estado por algum tempo até que o Carbowax 6000 cubra as partículas. Logo a seguir, o material é deixado esfriar vagorosamente até a temperatura ambiente, quando então a amostra é desbastada, para se obter uma superfície plana e fina.

A aceitação de uma amostra como tendo partículas sem



orientação é muito mais crítica e subjetiva que a aceitação das amostras como tendo partículas com orientação preferencial pois, conforme já dissemos, não se consegue evitar que uma amostra contenha uma certa quantidade de partículas com orientação preferencial, devido a uma tendência natural quase generalizada dos minerais argílicos de se gruparem face-face, como também devido a alguma orientação provocada pelos próprios métodos utilizados.

#### 5.4 - VANTAGENS E DESVANTAGENS DA DIFRAÇÃO DE RAIOS X.

A grande vantagem do uso da difração de raios X para estudo de orientação de partículas é fornecer um índice quantitativo da tecedura. Entretanto, esse índice é referido aos valores obtidos para amostras com e sem orientação de partículas, e, então, o uso da difração dos raios X possui limitação devido a baixa precisão na obtenção desses dois tipos de amostras.

Como a medição das intensidades das reflexões é feita sobre uma área varrida aproximada de  $10\text{mm}^2$ , que representa uma grande quantidade de partículas, esse valor representa uma média da orientação dessas partículas.

Com o uso da difração de raios X não é possível se estudar a porosidade do material.

Talvez a grande limitação da aplicação da difração de raios X para estudo de teceduras seja tornar muito difícil a interpretação dos resultados quando se usa amostras de material natural. Normalmente a sua aplicação é feita em estudo de materiais constituídos de um só mineral argílico.

## CAPÍTULO VI

MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA

## 6.1 - GENERALIDADES

O microscópio eletrônico de varredura é constituído basicamente de uma fonte de eletrons (canhão de eletrons), de três lentes eletromagnéticas, de um sistema de varredura, de um sistema coletor, de um fotomultiplicador, de um amplificador de vídeo e de um tubo de raios catódicos.

Os eletrons deixando o canhão de eletrons são acelerados por um campo elétrico e dirigidos, através um vácuo aproximado de  $10^{-4}$  torr, para a superfície da amostra em observação. No percurso entre o canhão de eletrons e a amostra, o feixe de eletrons passa através de três lentes eletromagnéticas. As duas primeiras lentes tem a função de condensar o feixe de eletrons. A terceira lente, que se situa mais próxima a amostra, desempenha o papel de focalizar o feixe de eletrons na superfície da amostra. O sistema de varredura, que fica situado próximo a lente de focalização, desempenha o papel de varrer o feixe de eletrons sobre uma região da superfície da amostra.

O feixe de eletrons ao encontrar a superfície da

amostra possui a sua seção transversal com diâmetro aproximado de 50 Å. No choque do feixe de elétrons com a superfície da amostra ocorre o seu espalhamento causando um volume de elétrons irradiados irregular. Então o número de elétrons que saem de diferentes áreas da amostra é variável. Muitas são as causas dessa irregularidade no volume de elétrons irradiado. Uma das causas principais é que no encontro do feixe de elétrons com a superfície da amostra, alguns desses elétrons podem penetrar nela numa profundidade de até 10.000 Å e algumas vezes podem até caminhar através a amostra. Por outro lado, outros elétrons penetram na superfície da amostra numa profundidade pequena e são refletidos de volta para a superfície da amostra com energia suficiente para escaparem dela. Esse último tipo de elétrons, é o que mais interessa. Os elétrons refletidos que possuem energia mais elevada são chamados elétrons primários e aqueles com energia menor são chamados elétrons secundários.

O sistema coletor que possui voltagem e posição apropriada tem a função de atrair a maioria dos elétrons que foram capazes de deixar a superfície da amostra. Os elétrons atraídos pelo sistema coletor encontram no seu interior um cintilador onde a energia dos elétrons é transformada em energia luminosa.

O fotomultiplicador recebe a luz proveniente do cintilador, que passou por um tubo de luz, que liga o coletor ao

fotomultiplicador, amplifica e transforma em energia elétrica.

O amplificador de vídeo possui a função de amplificar mais o sinal recebido do fotomultiplicador.

O tubo de raios catódicos tem a função de reproduzir a imagem da área observada da amostra. A imagem é produzida em função da varredura do feixe de elétrons na superfície da amostra.

Os métodos de preparo das amostras para observação envolvem técnicas, que serão vistas posteriormente, que visam a obtenção de superfícies menos deformadas possíveis. Para que não haja carregamento eletrostático da amostra, pois ao contrário prejudica a qualidade da imagem da amostra, a superfície precisa receber uma cobertura metálica bem fina. Normalmente, essas superfícies se apresentam com uma topografia bastante acidentada e com variações da constituição química nos diversos pontos. Para as amostras com superfícies de topografia acidentada, essa cobertura metálica fina, que é evaporada, não se distribui uniformemente, ocorrendo algumas áreas com pouca cobertura e outras com deposição excessiva. Muitas vezes é interessante não se dar essa cobertura metálica na superfície da amostra, quando se trabalha com amostras impregnadas com produtos químicos pois, a diferença nas características do carregamento das partículas do

solo e do material impregnante, serve para distinguir os dois materiais.

Como já dissemos, o número de eletrons que saem de diferentes áreas da amostra é variável. Essa variação de eletrons refletidos é o responsável pela produção do contraste na imagem da superfície. Os principais responsáveis pela produção do contraste são os eletrons primários que são dotados de alta energia. Mas o contraste pode ser produzido tanto pelos eletrons primários como pelos eletrons secundários. Para o contraste produzido somente pelos eletrons primários, o sistema coletor de eletrons deve se situar numa posição crítica em relação ao feixe de eletrons refletidos da superfície da amostra. Essa posição crítica corresponde ao sistema coletor estar alinhado com o feixe refletido. Para o contraste produzido por eletrons primários e secundários, o sistema coletor deve se posicionar o mais próximo da amostra para que os eletrons secundários possam ser capturados, pois como esses eletrons possuem baixa energia, eles podem caminhar com qualquer trajetória, ao contrário dos eletrons primários que caminham em linha reta. As três principais contribuições ao contraste produzido por eletrons primários e secundários são:

- a variação da topografia entre os diversos pontos da superfície da amostra.

- a variação da constituição química entre os diversos pontos da amostra.
- a variação da diferença de potencial dos eletrons refletidos.

Como já dissemos anteriormente, no encontro do feixe de eletrons com a superfície da amostra, alguns eletrons penetram nela até uma profundidade de 10.000Å e outros penetram nela numa profundidade muito pequena e são defletidos para superfície. A resolução da imagem devido aos eletrons secundários é da ordem de 50Å, que é o diâmetro do feixe de eletrons na superfície da amostra. Isso se deve ao fato de que esses eletrons como penetram a pequenas distâncias, o espalhamento do feixe de eletrons é pequeno na superfície da amostra. Um fator de perda no poder de resolução em superfície de topografia acidentada é a deposição excessiva de material metálico evaporado na superfície da amostra, em algumas áreas.

Em geral, pode-se esperar do microscópio eletrônico de varredura uma resolução da ordem de 100Å a 200Å.

## 6.2 - PREPARO DA AMOSTRA

### 6.2.1 - Geral

As amostras para serem observadas em microscópio

eletrônico de varredura não devem conter água nos poros. Então é necessário dar um pré-tratamento na amostra pois, no seu estado natural, ao entrar em contato com o vácuo no interior do microscópio perde parte de sua umidade. Essa redução da umidade da amostra provoca uma perturbação na tecedura original da amostra como também essa umidade pode danificar o equipamento.

Existem basicamente dois métodos diferentes de pré-tratamento da amostra:

a) Secagem da amostra - esse método é o mais recomendado para microscópio eletrônico de varredura.

b) Impregnação da amostra com resinas estabilizadoras - esse método é mais recomendado para microscopia ótica, como já vimos, e para microscopia eletrônica de transmissão, conforme veremos.

O preparo da amostra possui várias etapas desde a dissecação da amostra até o tratamento final da superfície a ser observada.

#### 6.2.2 - Dissecação da Amostra

Essa etapa corresponde ao corte da amostra em dimensões apropriadas, do local desejado e na direção desejada. Co



mo normalmente essas amostras tem dimensões muito pequenas, principalmente a espessura, como será visto para cada tipo de método utilizado, a dissecação deve ser feita com bastante cautela afim de não perturbar a amostra. Essa operação leva muitas vezes algumas horas. Então é recomendável fazê-la em ambientes onde a umidade relativa seja alta para que não haja perda da umidade do material pois, em caso contrário, a amostra pode ser perturbada.

### 6.2.3 - Métodos de Pré-Tratamento da Amostra

Conforme já falamos, existem dois métodos de pré-tratamento da amostra: secagem e impregnação. Como a impregnação da amostra com produtos químicos não é recomendável para a microscopia eletrônica de varredura, ela será tratada na parte de microscopia eletrônica de transmissão. Nessa parte será detalhada as diversas formas de secagem.

Ao se forçar a saída da água dos poros, a tensão superficial causa uma contração dos poros. A proporção que a contração dos poros aumenta, mais difícil se torna a retirada da água. Com isso, o volume da amostra diminui e altas tensões se desenvolvem com conseqüente rearranjo de partículas. Entretanto, duas situações podem existir onde o processo da secagem não rearranja as partículas. Uma situação possível é a existencia de um alto grau de orientação de partículas no interior da amostra.

Nesse caso a secagem produz somente uma diminuição do espaçamento entre partículas. Outra situação que não ocorre perturbações na amostra devido a secagem é a amostra estar com uma umidade abaixo da umidade correspondente ao limite de contração.

Os métodos que tem sido empregados usualmente para secagem de amostras são:

- secagem em estufa.
- secagem ao ar.
- substituição e secagem.
- congelamento e secagem.
- secagem super crítica.

Cada método de secagem será tratado detalhadamente em separado, a seguir.

#### 6.2.3.1 - Secagem em Estufa

Como o próprio nome diz, esse processo de secagem consiste em colocar a amostra com as dimensões aproximadas de 30mm x 10mm x 5mm em estufa numa temperatura a 105<sup>0</sup> C durante 24 horas, como no método padrão de medição de umidade do solo. Esse método produz bastante perturbação na amostra, no entanto ele é

usado para identificação, estudo de tamanho e forma das partículas constituintes do material.

#### 6.2.3.2 - Secagem ao Ar.

Consiste em deixar a amostra exposta ao ar, com dimensões iguais ao do método acima, para que haja perda da umidade. Outro processo de secagem ao ar consiste em colocar a amostra dentro de uma placa de petri que é colocada dentro de um recipiente maior, de vidro, contendo água até um nível que corresponda a meia altura da placa de petri. O conjunto é então fechado com uma tampa de vidro. A perda da umidade por esse processo é mais lenta que o processo de secagem direta. Qualquer método de secagem ao ar não pode subsistir sozinho pois, a umidade da amostra no fim do processo é aproximadamente igual a umidade ambiente. Então, deve-se complementar a secagem colocando-se a amostra em dissecador contendo substâncias como sílica gel ou cloreto de cálcio ou em dissecador para pequenos vácuos. O fim do processo se dá quando o peso da amostra permanece constante ao longo do tempo. Esse processo provoca também perturbação na amostra. Como esse processo de secagem é muito simples e rápido, pode ser usado para fins de classificação e identificação das características principais de tecedouras.

Sloane e Kell (1966) usaram um processo de secagem semelhante ao descrito acima. Após a moldagem das amostras de caulinita compactadas, toda a amostra é levada a secagem pelo processo acima. Utilizavam o terço central da amostra para a dissecação da amostra a ser observada. Observaram não haver perturbação da amostra com esse processo.

#### 6.2.3.3 - Substituição e Secagem

Esse processo consiste em substituir totalmente ou parcialmente a água dos poros por substancias de tensão superficial menor e após deixar a amostra secar ao ar. É essencial que essas substancias sejam completamente miscíveis na água, tenham baixa viscosidade e que sejam líquidas a temperatura ambiente. As substancias mais empregadas são:

- a) metanol.
- b) acetona.
- c) eter dietílico.
- d) isopentano.
- e) glicerol.
- f) polietileno glicol 400.

O metanol e a acetona possuem uma tensão superficial da ordem de 23 dina/cm. Já o eter dietílico possui uma ten

são superficial igual a 17 dina/cm. O isopentano possui a menor tensão superficial encontrada para as substâncias líquidas na temperatura ambiente, que é da ordem de 14 dina/cm. O glicerol e o polietileno glicol 400 não conseguem substituir totalmente a água dos poros. O glicerol possui uma viscosidade um pouco alta e não se consegue uma boa impregnação da amostra. O maior problema do uso do glicerol é que durante o processo de secagem nem toda a substância é evaporada, permanecendo glicerol nos poros. Esse glicerol remanescente nos poros normalmente melhora a qualidade da imagem, mas fica difícil a distinção entre as fronteiras do produto e as partículas de argila. O polietileno glicol 400 é mais apropriado que o glicerol pois possui viscosidade menor.

A aparelhagem usada para a substituição é constituída de um recipiente grande de vidro com um dreno na sua base. No seu interior coloca-se uma placa de petri e no interior da placa de petri coloca-se uma lâmina de vidro igual a usada em microscópio ótico. O conjunto deve ser fechado da melhor maneira possível para que não haja perda por evaporação da substância, pois a maioria delas é muito volátil.

A amostra a ser tratada por esse processo deve ser cortada com as dimensões aproximadas de 50mm x 40mm x 5mm. É recomendável também que a amostra esteja saturada.

A técnica de substituição é constituída das seguintes etapas:

a) com o conjunto todo montado, inicialmente enche-se a placa de petri com água destilada e deairada até o nível onde há formação de uma película de água em cima da lâmina de vidro.

b) repousa-se, com bastante cautela, a amostra com a face maior (50mm x 10mm) sobre essa película de água. Completa-se a placa de petri com água destilada e deairada, através de contagotas, até haver extravasamento.

c) prepara-se soluções com as substancias acima citadas e água. Essas soluções são trocadas a intervalos diários e pela sequencia mostrada abaixo:

número da troca	percentagem da substancia utilizada na solução.
1	5
2	10
3	20
4	30
5	40
6	50
7	60
8	75
9	90
10	100
11	100

d) enche-se o recipiente maior, tomando-se o cuidado de fechar o dreno do fundo, com a primeira solução até um nível pouco acima da placa de petri. Findo o prazo de um dia, drena-se essa solução com bastante cautela para que não agite a superfície da solução que ficará remanescente na placa de petri. A seguir enche-se novamente o recipiente maior com a segunda solução. Procede-se desta maneira até a mudança da última solução.

e) após o esvaziamento do recipiente maior com a última solução, a placa de petri estará ainda cheia. Então, com bastante cuidado, por meio de um conta-gotas, retira-se essa solução até se atingir um nível um pouco acima da superfície da amostra. A partir desse nível deixa-se a solução evaporar lentamente nas condições ambientes.

A razão de se começar o processo de substituição com a água e ir vagarosamente aumentando a concentração da substância é para se prevenir uma mudança brusca da tensão superficial do líquido dos poros ou a ocorrência de choques osmóticos.

As amostras preparadas por esse processo devem ser manipuladas com bastante cuidado pois, elas se tornam muito frágeis.

Esse processo de secagem com substituição anteri-

or por substancias de tensão superficial menor provoca também perturbação na amostra. Pode-se usar esse processo para preparar a mostras com os mesmos fins de observação das amostras preparadas por secagem ao ar.

#### 6.2.3.4 - Congelamento e Secagem

Um processo de secagem pode ser considerado ideal quando os efeitos perturbadores da tensão superficial forem totalmente ou parcialmente eliminados. O processo de congelamento e secagem minimiza bastante esses efeitos.

O processo de congelamento e secagem consiste basicamente em congelar a água dos poros da amostra, de preferen - cia saturada inicialmente, e em seguida sublimar o gelo.

Antes de entrarmos nas considerações do processo de congelamento das amostras de solo, iremos nos deter um pouco em algumas considerações teóricas sobre a água.

##### 6.2.3.4.1 - Água - Considerações Teóricas.

Considerando-se uma molécula de água isolada, ela possui o angulo H-O-H igual a  $104^{\circ}31'$ . Entretanto se colocarmos



essa molécula em presença de outras, haverá a ligação entre elas. Nessa ligação ocorre hidridização da molécula fazendo com que esse ângulo passe a aproximadamente  $109^{\circ}$ . Como esse ângulo se aproxima do valor do ângulo de um tetraedro regular, a molécula de água pode ser considerada com essa forma geométrica.

Ao se resfriar a água, suas moléculas vão assumindo outras formas. As moléculas de gelo na sua forma normal assumem uma forma hexagonal. No entanto essa estrutura hexagonal parece ser modificada para uma forma cubica a temperaturas da ordem de  $-80^{\circ}\text{C}$  a  $-120^{\circ}\text{C}$ .

Existe um modelo dinâmico para a estrutura da água onde as moléculas são consideradas formando agregados não fixos, ou seja, o número de moléculas por agregado e o número de agregados é mudado constantemente. A proporção que a temperatura é diminuída, o tamanho desses agregados começa a crescer até atingir um tamanho tal quando ocorre a formação de cristais de gelo. Por outro lado, a temperaturas elevadas, o tamanho desses agregados é muito pequeno, pouco maior que as moléculas, então essa cristalização não pode ocorrer. Se levarmos a água ao seu congelamento por um processo lento de abaixamento da temperatura, começará a haver o aparecimento de diversos agregados já cristalizados enquanto outros não. Esses agregados não cristalizados

contribuêm para o crescimento dos agregados cristalizados. Assim, todos os agregados acabam se juntando com outros, levando toda a massa ao congelamento. A proporção que se abaixa a temperatura com que se produz o congelamento da água o tamanho dos agregados que irão se cristalizar diminue e, por outro lado, como a maioria dos agregados era pequena, uma grande maioria dos agregados se cristalizará. Assim, se obtém o congelamento através um grande número de cristais pequenos de gelo.

#### 6.2.3.4.2 - Congelamento do Solo

Suponhamos uma amostra de solo saturada com água, que será congelada lentamente. A proporção que a temperatura é abaixada, começa a haver a cristalização dos agregados de moléculas enquanto outros agregados ainda não se cristalizaram, num determinado poro. Estes agregados começam a crescer as custas dos agregados não cristalizados. O crescimento desses agregados chega a um ponto em que começa a haver a interferencia entre os agregados dos diversos poros. A proporção que esse processo avança, começa a ocorrer a deformação da amostra, levando a um rearranjo de partículas, podendo até ocorrer a rutura da amostra. Por outro lado, se esse crescimento for impedido não ocorre perturbação na amostra.

Então o congelamento deve ser rápido para que ele ocorra a partir de um grande número de cristais que serão impedi dos de crescerem pela interferencia com cristais vizinhos.

Dentre os processos de congelamento a altas velocidades, o processo de imersão da amostra em líquidos a temperaturas bem abaixo da temperatura de congelamento da água, é talvez o mais simples. Algumas substancias possuem essa propriedade de permanecerem líquidas a temperaturas bem baixas. Dentre elas, o nitrogenio líquido é que tem sido mais usado. O nitrogenio lí quido no seu ponto de borbulhamento encontra-se numa temperatura da ordem de  $-196^{\circ}\text{C}$ . Por um lado essa temperatura baixíssima pro porciona uma velocidade de congelamento bastante rápida mas, por outro lado, o grande movimento das bolhas de gás impede um conge lamento perfeito.

As dimensões da amostra a ser tratada por esse método devem ser aproximadamente iguais a: 10mm x 10mm x 2mm (0,2 cc). Essas dimensões são limitadas superiormente pelo fis suramento da amostra e inferiormente pelas dificuldades de disse cação e manipulação da amostra.

Com a finalidade de se evitar o borbulhamento no início do congelamento da amostra, que ocorre no nitrogenio lí -

quido, tem-se usado o isopentano nessa fase inicial. O isopentano possui a vantagem de ser líquido na temperatura ambiente mas se congela a  $-160^{\circ}\text{C}$ .

O congelamento com o isopentano é feito da seguinte maneira:

- coloca-se nitrogênio líquido num recipiente.
- enche-se um recipiente de cobre, de preferência, com isopentano.
- leva-se o recipiente com isopentano para ser resfriado até uma temperatura próxima da sua temperatura de congelamento. O controle da temperatura deve ser feito com termopares em contato com o isopentano.
- submerge-se a amostra no isopentano, na temperatura acima, deixando-a no seu interior durante um tempo aproximado de 30 segundos.
- após o tempo acima, submerge-se a amostra em nitrogênio líquido a  $-196^{\circ}\text{C}$  durante 20 a 30 segundos.

Esse procedimento além de evitar o borbulhamento no início do congelamento, conforme já falamos, o isopentano que fica remanescente na superfície da amostra forma uma capa congelada que minimiza a elevação da temperatura da amostra quando do

transporte e montagem da amostra na câmara de sublimação.

Outra substância que tem mostrado bom desempenho para congelamento de amostras é o propano. A grande vantagem do propano é que êle proporciona uma velocidade de congelamento maior que a do isopentano. Entretanto, o propano possui o inconveniente de ser gás a temperaturas superiores a  $-41^{\circ}\text{C}$ . Então há necessidade de resfriar o propano a temperaturas inferiores a  $-41^{\circ}\text{C}$ . Como êle é fornecido em recipientes apropriados, coloca-se esse recipiente dentro do nitrogênio até uma temperatura próxima a  $-190^{\circ}\text{C}$ , que é sua temperatura de congelamento. Abre-se o recipiente e coloca-se a amostra no seu interior, da mesma forma feita para o congelamento com o isopentano.

#### 6.2.3.4.3 - Sublimação do Gelo da Amostra

Para sublimação do gelo da amostra, Smart (1966) e Tovey (1970) desenvolveram equipamentos que consistem basicamente de um recipiente fechado onde existe uma fonte de calor e uma entrada para se evacuar o sistema, com isso a sublimação é feita com calor por irradiação. A condição básica que qualquer equipamento para sublimação deve ter é permitir a sublimação sem um aumento desnecessário da temperatura do gelo.

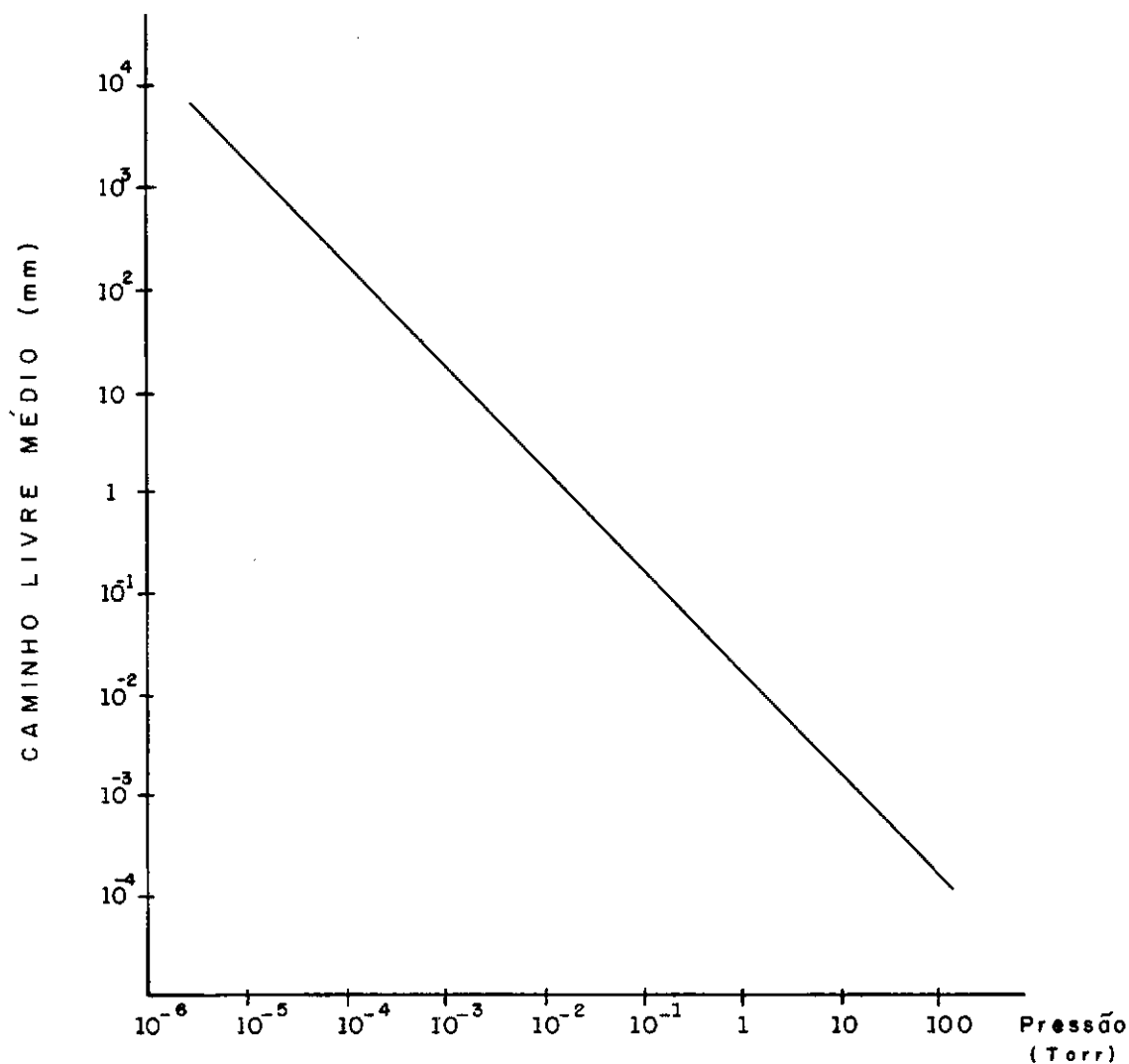
Dentre os vários fatores que influenciam a sublimação do gelo da amostra, os dois mais importantes são a temperatura da amostra e a pressão do vácuo.

O maior problema da sublimação é o controle do processo para que se supra o calor latente de sublimação necessário a amostra. Quando a frente de sublimação atinge a amostra, o gelo situado na parte mais externa se sublima primeiro, deixando uma cunha externa já seca. Com isso a temperatura do gelo tende a subir. Então deve-se manter a temperatura do gelo bem baixa, pois, em caso contrário, as moléculas dentro do próprio cristal migram e se recristalizam. Essa recristalização migratória pode provocar um crescimento excessivo do cristal de gelo que consequentemente poderá perturbar a amostra. A temperatura do gelo situado a frente da frente de sublimação depende da pressão do vapor nos poros da amostra, que por outro lado depende da velocidade com que o vapor é removido da superfície da amostra. Quando uma molécula de vapor d'água escapa da amostra, ela deduz seu calor latente da amostra, logo a temperatura da amostra diminui. Entretanto se essa molécula de vapor d'água que escapou da amostra retornar, ela cede o seu calor latente, ao se condensar, a amostra. Logo a temperatura da amostra tende a subir. Então o retorno da molécula de vapor d'água a amostra deve ser evitado para não haver a subida desnecessária da temperatura do gelo. O retorno da molécula de vapor d'água a amostra pode ser evitado de

duas maneiras. Uma é forçar a sua retirada do sistema através o uso de vácuos altíssimos, que não é muito eficiente e pode danificar o equipamento de vácuo. Outra maneira é usar uma "armadilha" para segurar as moléculas de vapor d'água. Essa "armadilha" nada mais é que um condensador, que no encontro da molécula de vapor d'água com o condensador, o vapor se condensa e nele fica agarrada. Esse processo é o mais eficiente. Para que se garanta o não retorno da molécula de vapor d'água a amostra, pelo processo de condensação, é necessário que a distancia do condensador seja menor que o caminho livre médio percorrido pela molécula, pois no seu choque com outras moléculas pode haver o seu retorno. O valor do caminho livre médio é função da pressão utilizada dentro do equipamento. Na figura a seguir é mostrado o gráfico do caminho livre médio versus pressão, para o vapor d'água.

Para os poros mais no interior da amostra, o processo de secagem depende da velocidade com que as moléculas de vapor d'água se difundem através os poros mais secos.

Conforme já foi falado, a temperatura do gelo deve permanecer a mais baixa possível para se evitar a recristalização migratória. Essa temperatura é da ordem de  $-80^{\circ}\text{C}$  e  $-100^{\circ}\text{C}$ . Entretanto, a essas temperaturas, a pressão de vapor do gelo é muito baixa. Então para que se consiga a secagem da amostra é



CAMINHO LIVRE MÉDIO X PRESSÃO PARA MOLÉCULAS  
DE VAPOR DE ÁGUA A  $-196^{\circ}\text{C}$ .



necessário se usar sistemas de vácuos que alcancem pressões baixíssimas. Mas como esses sistemas não toleram a presença de grandes volumes de vapor d'água a operação se torna difícil. Por outro lado, também, quanto mais baixa a temperatura de sublimação do gelo, maior será o tempo para processá-la.

Deve-se tomar bastante cuidado na manipulação das amostras preparadas por esse processo pois elas se tornam muito frágeis.

#### 6.2.3.5 - Secagem Supercrítica

Sabemos que uma determinada substancia pode subsistir tanto no estado gasoso ou líquido, ao mesmo tempo, desde que ela esteja numa determinada condição de temperatura e pressão. A secagem supercrítica se baseia nesse fato, ou seja, levar a amostra a determinada condição de temperatura e pressão para que o líquido dos poros passe para a fase gasosa imperceptivelmente evitando-se assim os efeitos perturbadores da tensão superficial. Entretanto a água possui uma temperatura crítica da ordem de  $374^{\circ}\text{C}$  e uma pressão crítica da ordem de 218 atm. Como vemos, esses valores são muito elevados, pois além de causarem perturbação no arranjo das partículas, pode haver até perturbação da própria estrutura cristalina das partículas podendo causar até o rompimento da estrutura cristalina.

Para a aplicação da secagem supercrítica tem-se que evitar os valores elevados da temperatura e pressão crítica da água. Um processo de se evitar a água é substituí-la por outras substancias que possuem temperatura e pressão críticas mais baixas. As duas substancias que tem sido usadas para substituição da água são o óxido nitroso ( $N_2O$ ) e o dióxido de carbono ( $CO_2$ ). Um dos inconvenientes dessas substâncias é que são gases a temperatura ambiente, que tem complicado um pouco mais a aplicação do processo. Os valores da temperatura crítica, pressão crítica e densidade crítica para o dióxido de carbono e para o óxido nitroso são mostrados abaixo:

	$T_{crít.}$ $^{\circ}C$	$P_{crít.}$ atm	$D_{crít.}$ $g/cm^3$
$N_2O$	36,5	71,7	0,45
$CO_2$	31,3	73,0	0,46

Outro problema encontrado na utilização dessas substancias acima é a variação rápida de densidade que ocorre a proporção que a temperatura se aproxima da temperatura crítica. Entre as temperaturas ambiente e a temperatura crítica, a densidade dessas substancias varia da ordem de  $0,3g/cm^3$ , que corresponde a uma variação de volume aproximado de 70%. Como a per-

meabilidade das argilas é muito baixa, uma variação brusca de volume do líquido dos poros não permitirá um escoamento do líquido através os poros. Consequentemente haverá uma reorientação de partículas, podendo até ocorrer a ruptura da amostra caso ela não suporte essa variação de volume. Então os acréscimos de temperatura devem ser bem pequenos e lentos para que permita o escoamento da substancia nos poros.

O processo de secagem supercrítica consiste então, em anteriormente impregnar a amostra com acetato de amila pois tanto o dióxido de carbono como o óxido nitroso nela são miscíveis. Como essas duas substancias são gases nas condições ambientais, a impregnação com elas ( $N_2O$  e  $CO_2$ ) deve ser feita a pressões elevadas ou a baixas temperaturas, como é o caso do óxido nitroso. Coloca-se a amostra, já impregnada com acetato de amila, dentro de um equipamento de altas pressões, eleva-se a pressão até um valor acima da pressão crítica e a temperatura é acrescida da temperatura ambiente até um valor bem próximo do valor da temperatura crítica, sendo esses valores dependentes da substancia utilizada. Em outro equipamento para altas pressões, coloca-se a substancia desejada no seu interior, misturada com acetato de amila, eleva-se a pressão até um pouco acima da pressão crítica e a temperatura da mesma forma é elevada até um pouco abaixo da temperatura crítica. Nas condições anteriores a substancia tornou-se lí

quida. Transfere-se o líquido do equipamento de pressão para o equipamento de pressão onde se encontra a amostra. Deixa-se algum tempo a substancia líquida em contato com a amostra para que haja a sua impregnação. Em seguida eleva-se a temperatura da amostra em acréscimos pequenos (da ordem de  $0,01^{\circ}\text{C}$ ) e lentos até a temperatura crítica. Com isso permite-se o escoamento do líquido nos poros devido a variação de volume. Assim consegue-se, na passagem pela temperatura crítica, a mudança da fase líquida para gasosa imperceptivelmente.

Esse método de secagem supercrítica parece ser muito efetivo na secagem da amostra, mas requer uma aparelhagem de altas pressões muito sofisticada e também um controle rigoroso das condições de temperatura e pressão. Acreditamos que a maior limitação desse método seja a substituição da água por outras substancias, que deve ser feita anteriormente.

Mais uma vez, as amostras preparadas por esse processo devem ser manipuladas com bastante cautela.

#### 6.2.4 - Variações das Dimensões da Amostra Durante os Diversos Processos de Preparo

Tovey (1970) experimentou a variação das dimensões

de amostras quando preparadas pelos métodos acima. Adensou unidimensionalmente caulinita até  $4,0 \text{ Kg/cm}^2$  e aliviou posteriormente a pressão até  $0,025 \text{ Kg/cm}^2$ . As medidas foram tomadas na direção vertical (V) e na direção horizontal (H) de cada amostra que foi cortada da célula de adensamento e tratada por cada método. O valor negativo da variação da dimensão corresponde a contração e o valor positivo corresponde a expansão. Os valores obtidos no estágio intermediário correspondem ao fim da substituição no processo de substituição e secagem, e para o processo de congelamento e secagem corresponde ao fim do congelamento, enquanto que os valores totais correspondem a variação das dimensões desde o início da substituição ou congelamento até o fim da secagem. A relação entre os valores de V e H define um grau de anisotropia da amostra. Os valores obtidos são apresentados na tabela a seguir.

Pela análise dos valores mostrados na tabela, podemos ver que o método de maior superioridade é o processo de congelamento e secagem.

#### 6.2.5 - Preparo da Superfície da Amostra a ser Observada.

Essa etapa do preparo da amostra visa a obtenção

VARIAÇÕES DAS DIMENSÕES DA AMOSTRA

TIPO DE PRÉ-TRATAMENTO	ESTÁGIO INTERMEDIÁRIO		TOTAL		RELAÇÃO V/H
	H %	V %	H %	V %	
Secagem em estufa	-	-	-6,7	-23,5	3,5
Secagem rápida ao ar	-	-	-7,7	-22,6	2,9
Secagem lenta ao ar	-	-	-12,5	-28,5	2,3
Congelamento e secagem	+0,35	+0,16	+0,63	+0,78	1,2
Substituição e secagem	-	-	-	-	-
Com metanol	+0,26	+1,30	-4,8	-16,8	3,5
Com eter	+0,71	+0,62	-4,2	-19,8	4,7
Com isopentano	-0,54	+1,28	-3,5	-15,9	4,5
Com acetona	-0,40	+1,14	-3,8	-18,5	4,9

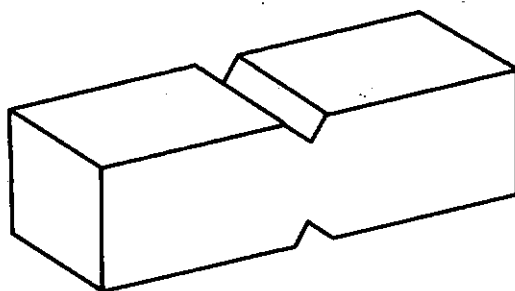
de superfícies novas, isentas de perturbação causada por qualquer agente.

Dentre algumas técnicas de obtenção de superfícies para observação, duas técnicas se sobressaem:

- fraturamento
- descascamento

#### 6.2.5.1 - Fraturamento

O processo de fraturamento da amostra para obtenção de superfície não perturbada consiste no ato de tracionar e/ou flexionar as duas partes extremas da amostra, com suas dimensões apropriadas, normalmente com as pontas dos dedos. Afim de direcionar o fraturamento deve-se fazer uma ranhura em cada face oposta da amostra, conforme mostrado na figura abaixo:



Durante o fraturamento ocorre uma certa orientação de partículas devido aos esforços mecânicos produzidos na obtenção da fratura. Na flexão da amostra, a região solicitada a tração sofre maior orientação de partículas que a região solicitada a compressão. A tração tende a orientar as partículas na direção longitudinal e a homogenizar essa orientação em toda a superfície.

O processo de fraturamento deve ser feito com bastante cautela para que não haja esmagamento da amostra, principalmente naquelas preparadas pelos processos de secagem supercrítica, congelamento e secagem e substituição e secagem.

Um dos inconvenientes do uso do fraturamento para obtenção de superfícies é a existência de planos de fraqueza no interior da amostra que fazem com que a direção do fraturamento seja desviado e que muitas vezes levam também ao esmagamento. Um caso em que o desvio do plano de fraturamento é mais crítico é quando se tenta fraturar amostras contendo planos de ruptura, oriundos de cisalhamentos em ensaios mecânicos. Outro inconveniente do processo de fraturamento é que normalmente se obtém superfície com uma topografia muito acidentada.



#### 6.2.5.2 - Descascamento

Esse processo de obtenção de superfícies evita uma série de inconvenientes que são normalmente produzidos pelo processo de fraturamento.

A técnica consiste em se cortar a amostra com uma lâmina bem afiada, na direção desejada, obtendo-se uma superfí - cie bem lisa. Para facilitar a manipulação da amostra deve-se anteriormente colar a amostra no suporte apropriado de amostras do microscópio e apoia-lo num local firme. Com esse corte consegue-se a obtenção de uma superfície lisa e na direção desejada, mas as partículas superficiais ficam orientadas na direção do corte, então essas partículas precisam ser retiradas. A retirada des- sas partículas é feita pelo seguinte processo:

- faz-se uma cobertura em cima da superfície com uma solu - ção dispersa de prata, que é constituída de muitos metais disper - sos numa mistura de líquidos altamente voláteis, com a ajuda de um pincel bem fino. Como esses líquidos são muito voláteis, eles se evaporam rapidamente deixando aderido a superfície da amostra os metais.

- após a secagem da solução, força-se por debaixo da cober- tura o seu levantamento que deve ser feito com bastante cautela. Deve-se usar para esse levantamento qualquer instrumento que te- nha pontas finas, por exemplo, uma pinça de pontas finas.

Quando tanto a cobertura como o seu levantamento são bem feitos, essa película normalmente é extraída de uma só vez. Por outro lado, ela pode tanto ficar muito aderida a superfície como pode sair em pedaços. Normalmente a causa do insucesso no arrancamento é devido ou a um excesso no tempo de secagem da cobertura ou a um tempo muito curto. Quando ocorre qualquer um desses casos, deve-se, com a lâmina bem afiada, cortar novamente a amostra de preferencia num plano pouco abaixo do anterior e repetir o mesmo processo anterior.

A grande vantagem desse método de preparo de superfície é que ele permite uma visão tridimensional da tecedura da amostra. Isto é conseguido da seguinte maneira: para cada superfície preparada pelo processo de descascamento faz-se a cobertura metálica necessária, como será visto adiante, corta-se novamente a amostra num plano pouco abaixo do anterior e repete-se toda a operação. Cada superfície assim obtida é montada no suporte do microscópio para ser observada.

Um outro processo mais simples de se retirar as partículas que foram orientadas pelo corte consiste na aplicação de fita gomada a superfície da amostra. Entretanto, esse processo é menos efetivo que o que faz uso da cobertura com a solução. Para que se tenha a garantia da retirada das partículas superficiais perturbadas é necessário que se faça pelo menos um número

de aplicações de fita gomada da ordem de 50 a 100 vezes.

#### 6.2.6 - Cobertura da Amostra

A superfície da amostra a ser observada deve ser coberta com material condutor para que se evite o carregamento e eletrostático da amostra pois pode prejudicar a qualidade das microfotografias. As outras quatro faces restantes devem ser cobertas com a mesma solução e com a mesma técnica usada no processo de descascamento, para que se evite também o carregamento da amostra.

Essa técnica da cobertura da superfície da amostra com material condutor é obtida pela evaporação desse material através o seu aquecimento elétrico no interior de um equipamento com vácuo da ordem de  $10^{-4}$  torr a  $10^{-5}$  torr. Os átomos do material condutor ao se libertarem do material caminham através o vácuo na direção da amostra onde eles aterrisam e permanecem. Com esse processo pode-se obter uma cobertura da ordem de 200Å a 300Å. A película deve ser a mais uniforme possível sobre toda a superfície. Para que isso seja conseguido deve-se fazer uso da evaporação multidirecional para que não haja deposição excessiva em determinadas regiões. Pode-se melhorar ainda mais essa uniformidade de deposição fazendo-se com que a amostra tenha vários movimentos no interior do equipamento.

As substâncias que tem sido usadas para essa cobertura são: o alumínio, o carbono, o ouro e uma combinação de carbono com ouro. Dentre essas substâncias, as que tem apresentado melhor desempenho são o ouro e a combinação de carbono com ouro. A combinação de ouro com carbono consiste em se dá uma primeira cobertura da ordem de 50A a 100A com carbono e depois dá-se a cobertura com ouro com uma espessura da ordem de 200A. Principalmente esse último tipo de cobertura tem apresentado bons resultados.

### 6.3 - PREPARO DE MATERIAL DISPERSO

Muitas vezes torna-se interessante observar o material argiloso na forma dispersa para estudo de forma e tamanho de partículas.

A técnica de preparo consiste das seguintes etapas:

- pesa-se uma determinada quantidade da argila que foi previamente seca.

- mistura-se o material com uma solução 0,02N de oxalato de sódio tal que se consiga uma concentração aproximada de 1g de argila/100 cm<sup>3</sup> de solução.

- agita-se a mistura num misturador tipo palhetas durante 30 minutos aproximadamente.
- corta-se um pedaço de lâmina de vidro, tipo usada em microscopia ótica, que foi previamente limpa com acetona, e cola-a no suporte de amostras do microscópio.
- transfere-se algumas gotas da mistura para a superfície da lâmina.
- deixa-se a solução de oxalato de sódio evaporar no interior de um dissecador.
- finalmente, dá-se uma cobertura de material condutor com uma espessura entre 50Å e 100Å.

#### 6.4 - OBSERVAÇÃO DE AMOSTRAS - ALGUMAS RECOMENDAÇÕES.

Para se ter uma visão tri-dimensional da amostra deve-se preparar duas espécimes cortadas perpendicularmente entre si. Para se interpretar as fotografias de um material deve-se ter no mínimo três fotografias de cada espécime. No mínimo duas fotografias devem ser tiradas de regiões onde as teceduras parecem ser semelhantes e uma fotografia de uma região com tecedura não típica.

O ângulo de observação da amostra deve ser ajustado durante a fase de observação. Normalmente esse ajuste começa a partir de  $30^{\circ}$ . É comum ocorrer sobreposição de algumas áreas quando a observação é feita em baixos aumentos. Essa situação pode ser contornada com um melhor ajuste do ângulo de observação.

É comum durante a observação colocar-se uma placa fina de acrílico sobre o visor do tubo de raios catódicos para que não haja ofuscamento quando a observação se prolonga por algum tempo. É interessante fazer uma marca central na placa com uma área da ordem de  $1 \text{ cm}^2$  para auxiliar a estimativa do tamanho das partículas durante a observação.

#### 6.5.- MÉTODO DE OBTENÇÃO DE FOTOGRAFIAS ESTEREOSCÓPICAS.

Para a obtenção de pares de fotografias estereoscópicas é essencial que a mesma área da amostra seja vista sob ângulos diferentes de observação. Mas ao variarmos o ângulo de observação, a região que estava sendo observada se desloca, dificultando a operação. Esse fato é mais crítico quanto maior for o aumento usado na observação. Entretanto, se uma região que está sendo observada cobre uma área onde se situa o próprio eixo de rotação da amostra, não há problema durante a variação do ângulo de observação.

Tovey (1970) propõe um método de obtenção de pares estereoscópicos que consiste das seguintes etapas:

- no aumento que se está trabalhando, escolhe-se uma partícula ou agregados de partículas, de fácil identificação, e faz-se a marcação dos seus contornos sobre a placa de acrílico situada sobre o tubo de raios catódicos. Marca-se também o contorno de qualquer figura que se situa no centro da placa de acrílico.
- abaixa-se o aumento da ordem de  $1/4$  a  $1/5$  do aumento que se estava trabalhando. Repete-se a operação anterior para outros objetos de fácil identificação.
- procede-se da maneira anterior repetidas vezes até se chegar a um aumento da ordem de 200 a 500 vezes.
- nesse aumento anterior gira-se o ângulo de observação de  $3^\circ$  a  $5^\circ$ . Obviamente a imagem se deslocará um pouco. Traz-se a imagem até a posição original alinhando-a com a que estava marcada na placa de acrílico. Essa operação é feita com o ajuste horizontal da amostra.
- com o novo ângulo de observação fixado, volta-se para os aumentos anteriores alinhando-se sucessivamente as figuras com aquelas que estão marcadas na placa de acrílico.
- repete-se essa operação de retorno até o aumento em que a primeira fotografia foi tirada. Nesse aumento faz-se o alinhamento das figuras com aquelas marcadas na placa de acrílico e verifi

ca-se se o ponto central da imagem está coincidente com o centro da placa de acrílico.

Nesse método é importante ter-se gravado o contorno exato dos objetos de referencia pois quando se trabalha com aumentos pequenos, muitos objetos parecem ser semelhantes. Por isso que se deve escolher objetos bem característicos que facilitem a sua memorização.

#### 6.6 - VANTAGENS E DESVANTAGENS DA MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA

A grande vantagem do microscópio eletrônico de varredura é o alto poder de penetração do feixe de elétrons, que possibilita a observação tri-dimensional da superfície. O seu alto poder de resolução possibilita a observação das partículas individuais e sua distribuição. Pode-se afirmar que dentre os métodos diretos de observação de teceduras, esse tipo de microscopia é o que possui melhor desempenho.

Por outro lado, a microscopia eletrônica de varredura não se adapta para observação de amostras impregnadas com substancias estabilizadoras pois a tecedura fica recoberta pelo produto. Não permite também o estudo das formas e tamanhos de



poros pois a maioria dos poros que aparece foi criada durante o ato da preparação da superfície. Devido a não paralelidade entre o feixe de eletrons, amostra e coletor, as imagens das superfícies aparecem reduzidas, sendo que essa redução é função do ângulo de observação. Como as amostras a serem observadas são muito pequenas e as áreas em observação menores ainda, isso limita a generalização das teceduras encontradas, devendo-se para tal fazer estudo em conjunto com microscópio ótico de luz polarizada.

## CAPÍTULO VII

### MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE TRANSMISSÃO

#### 7.1 - GENERALIDADES

O microscópio eletrônico de transmissão é constituído basicamente de uma fonte de eletrons (canhão de eletrons), uma ou duas lentes condensadoras, três lentes de aumento e uma tela fluorescente.

Os eletrons que deixam o canhão de eletrons são acelerados num campo elétrico em direção ao objeto. No caminho entre o canhão de eletrons e a amostra, o feixe de eletrons é condensado por uma ou duas lentes condensadoras. Os eletrons que são capazes de passar pelo objeto são dirigidos para passarem através de três lentes de aumento que são denominadas objetiva, intermediária e projetora. Ao passarem por essas três lentes, os eletrons atingem uma tela fluorescente onde há a formação da imagem. Todas as lentes do microscópio são normalmente eletromagnéticas, sendo que as lentes que tem função de aumentar a imagem devem ser obrigatoriamente eletromagnéticas pois proporcionam um melhor poder de resolução.

O material usado para observação de teceduras em microscópio eletrônico de transmissão ou são réplicas da superfí

cie da amostra ou são seções ultra-finas do material que são cortadas através de ultra-micrótomos. Para a obtenção das seções ultra-finas é necessário que a amostra a ser cortada seja impregnada com produtos químicos que proporcionam uma rigidez, da mesma forma das amostras usadas na microscopia ótica. Normalmente, as seções ultra-finas tem uma espessura uniforme, mas além da variação da constituição química dos próprios constituintes do solo, se soma a variação química entre os elementos do solo e o produto químico estabilizador. Por outro lado, as réplicas são constituídas de um só produto químico, isto é, aquele escolhido para seu preparo. Mas como normalmente as superfícies a serem replicadas possuem uma topografia muito acidentada, existe uma variação as vezes muito grande da espessura entre os diversos pontos da réplica.

Os eletrons que chegam até o objeto em observação são dotados de uma alta energia. Normalmente, a maioria dos eletrons que encontra o objeto é transmitida mas podem alguns eletrons serem ou refletidos ou absorvidos pelo objeto. Pode também ocorrer que alguns eletrons que não se transmitem de imediato através a amostra possam liberar eletrons secundários.

O contraste produzido nas microfotografias eletrônicas de transmissão é função do tipo de material que está sendo usado para a observação. Nas seções ultra-finas, o contraste é

somente devido a variação da constituição química pois sua espessura é aproximadamente constante. Nas réplicas, o contraste é somente devido a variação da espessura pois não existe variação química. Então vejamos separadamente a causa do contraste em cada tipo de material usado na observação.

Nas seções ultra-finas ocorre que os elementos de constituição química diferente possuindo coeficientes de absorção e de emissão de eletrons secundários diferentes, haverá uma variação no número de eletrons oriundos das diferentes áreas da amostra, produzindo assim o contraste. Muitas vezes alguns produtos químicos não permitem uma perfeita distinção entre as partículas e a substância, então nesses casos é que o contraste é importante pois permite fazer essa distinção. Normalmente nas seções ultra-finas, as partículas costumam aparecer com uma cor cinza escuro e o material impregnante cinza claro, enquanto que aparecem branco os buracos que foram provocados durante o corte. A fim de melhorar o contraste e a distinção entre as partículas e o produto impregnante, costuma-se misturar produtos corantes ao produto impregnante.

Nas réplicas ocorre que a variação da espessura faz variar o coeficiente de absorção e de emissão de eletrons secundários em cada ponto, então haverá uma variação no número de

eletrons oriundos de diferentes áreas da amostra, produzindo o contraste. Na réplica pode-se melhorar as características topográficas da superfície da amostra, fazendo-se um sombreamento com metais de alta densidade eletrônica antes ou depois do seu preparo.

## 7.2 - PREPARO DA AMOSTRA

### 7.2.1 - Geral

As amostras a serem observadas em microscópio eletrônico de transmissão precisam ser suficientemente finas para que possibilitem a passagem através delas o feixe de eletrons.

Duas técnicas principais se distinguem no preparo das amostras:

- preparo de réplicas da superfície a ser observada.
- seções ultra-finas da amostra.

Essas duas técnicas envolvem um pré-tratamento da amostra que na quase sua maioria já foi tratada nas partes de microscopia eletrônica de varredura e microscopia ótica. Então iremos nos concentrar nas técnicas de preparo de réplicas e de seções ultra-finas propriamente ditas.

### 7.2.2 - Seções ultra-finas.

Para preparo de seções ultra-finas é necessário que a amostra seja impregnada com substâncias químicas que promovam um endurecimento do material assim como também é necessário no preparo de amostras para microscopia ótica.

#### 7.2.2.1 - Substâncias impregnantes.

Muitos produtos químicos tem sido empregados para estabilização de amostras de solo. Essas substâncias devem ser, de preferência, miscíveis na água, possuírem viscosidade suficientemente baixa para que possam penetrar nos poros, causarem o mínimo de perturbação na amostra, não atacarem os constituintes do solo e devem ser capazes de produzir uma matriz ductil com dureza próxima daquela das partículas e capazes de produzirem uma resistência suficiente para não permitirem que as partículas sejam arrancadas da matriz durante a microtomia.

Muitas vezes essas substâncias não são miscíveis na água, então torna-se necessário substituir a água dos poros por substâncias em que as substâncias impregnantes sejam miscíveis.

Essas substâncias se dividem em dois grupos:

- a) substâncias miscíveis na água.
- b) substâncias não miscíveis na água.

Iremos, a seguir, tratar cada grupo separadamente.

- a) Substâncias miscíveis na água.

- 1) Carbowax 6000

Essa substância já foi tratada com bastante detalhe na parte de microscopia ótica.

A sua limitação como estabilizadora da amostra para cortes de seções ultra-finas é que ela forma uma matriz muito friável. A amostra ao ser cortada em ultra-micrótomos não consegue manter sua forma, se desintegrando.

- 2) Gelatina.

Na temperatura ambiente a gelatina é mais dura que o Carbowax 6000.

Para que a gelatina se torne solúvel na água é necessário que se aqueça um pouco a mistura.

O processo de impregnação da amostra com a gelatina consiste em inicialmente colocar a amostra dentro de um recipiente de vidro que será cheio com água. Recomenda-se repousar a amostra sobre uma lâmina de vidro, tipo usada para microscopia ótica, para facilitar a manipulação da amostra sem perturbá-la. Ao se encher o recipiente com água, deve-se fazê-lo com conta-gotas até um nível um pouco acima da face superior da amostra, para não perturbá-la. Após ultrapassar um pouco esse nível, pode-se continuar a encher o recipiente através qualquer outro meio desde que se cuide de não agitar a água remanescente no recipiente. Deve-se juntar a água uma pequena quantidade de timol afim de inibir a atividade biológica. Com o recipiente cheio de água até o nível apropriado, leva-se o conjunto a banho em água, quando a temperatura é acrescida até 40°C. Ao ser atingida essa temperatura, adiciona-se gelatina ao recipiente onde se encontra a amostra. Nessa situação a gelatina se dissolverá, tornando-se miscível na água. Assim o conjunto permanece por algum tempo até o fim da impregnação. Ao fim da impregnação, o conjunto é resfriado lentamente até a temperatura ambiente quando ocorre o endurecimento do material.

Parece que as amostras impregnadas com gelatina, após algum tempo, se deformam e até se desintegram.



## 3) Aerolite.

A técnica de utilização desse produto requer duas etapas distintas, pois ele é fornecido em forma de pó e o endurecedor é fornecido em forma líquida.

A primeira etapa da técnica consiste na impregnação da amostra. Da mesma forma que a gelatina, o Aerolite é solúvel em água morna. Inicialmente, dissolve-se o produto em água morna. Coloca-se a amostra dentro de um recipiente de vidro e enche-se com água até um nível um pouco acima da face superior da amostra, conforme feito na técnica de impregnação com gelatina e tomando-se os mesmos cuidados anteriores. A seguir coloca-se o produto dissolvido em água morna dentro do recipiente da amostra mais uma vez tomando-se os mesmos cuidados anteriores. Nessa situação a amostra deverá permanecer por algum tempo até o fim da impregnação.

A segunda etapa da técnica consiste em levar, após a impregnação, a amostra para um banho no líquido endurecedor.

A maior parte da perturbação da amostra ocorre na fase de endurecimento. Além do mais, durante a microtomia o produto não se comporta satisfatoriamente.

#### 4) Resinas solúveis em água.

Dentre as resinas mais comuns solúveis em água temos a resina Durcupan Fluka, a Epoxy e Methacrylate. Dessas três, a que possui melhor desempenho é a resina Durcupan Fluka. Ela é um tipo de araldite solúvel em água. Parece que essa resina causa fissuramento na amostra ao longo do tempo.

#### b) Substâncias não miscíveis na água.

As substâncias impregnantes quando não são miscíveis em água, há a necessidade de se fazer um pré-tratamento na amostra. Esse pré-tratamento consiste em substituir a água dos poros por substâncias em que os produtos impregnantes são miscíveis. Normalmente as substâncias mais usadas nesse pré-tratamento são o metanol e a acetona.

A técnica de substituição da água dos poros por essas substâncias (metanol e acetona) é a mesma adotada para o processo de substituição e secagem, usado na microscopia eletrônica de varredura para obtenção de amostras secas através de líquidos de tensão superficial menor. Entretanto, a etapa final do processo de substituição e secagem é modificada, isto é, a amostra não é deixada secar. Então, após a drenagem da última solução, que sempre corresponde a 100% da substância que substitui

a água, do recipiente maior de vidro, a placa de petri continuará cheia com essa substância. Através um conta-gotas retira-se essa solução do recipiente até um nível um pouco acima da face superior da amostra. Ao fim dessa etapa a amostra fica pronta para ser impregnada por uma das substâncias que serão descritas abaixo.

1) Methacrylate.

As amostras a serem impregnadas com esse produto devem receber um pré-tratamento com metanol.

Afim de se evitar o risco do Methacrylate se polimerizar antes do fim da impregnação completa da amostra, deve-se dissolvê-lo em metanol.

A técnica de sua utilização consiste em colocar o produto dentro do recipiente onde se encontra a amostra na situação deixada após a substituição com metanol. A amostra deve ficar submersa no produto até o fim da impregnação. Após a impregnação, o produto é polimerizado por aquecimento da amostra em estufa.

A fase da polimerização é a mais crítica pois é quando ocorre perturbação na amostra.

## 2) Epikote.

As amostras a serem impregnadas com esse produto devem receber também um pré-tratamento com metanol.

Após o fim do pré-tratamento, o produto é colocado no recipiente da amostra com bastante cautela. A amostra deve rá ficar submersa até o fim da impregnação que demora aproximada mente um mês.

A seguir, o produto é polimerizado levando-se a a mostra sucessivamente a três estufas a temperaturas de 80°C, 130°C e 200°C cada uma.

Aqui também, a fase mais crítica de perturbação da amostra é durante a polimerização, devido principalmente as altas temperaturas usadas. A outra limitação da utilização desse produto é o tempo dispendido para impregnação da amostra. Por ou tro lado, dentre os produtos já mencionados, o Epikote produz uma dureza bastante compatível para a microtomia.

## 3) Vestopal W.

Esse produto é uma resina de poliéster. As amos tras a serem impregnadas com esse produto, devem receber um pré-

-tratamento com acetona.

O Vestopal W deve ser diluído em duas ou três quantidades iguais de acetona para se evitar o risco de sua polimerização ocorrer antes da impregnação completa da amostra.

Após o fim do pré-tratamento, a mistura é colocada no recipiente da amostra com bastante cautela. A amostra deve ficar submersa no produto até o fim da impregnação.

A proporção que a acetona se evapora começa a haver a polimerização do produto. Entretanto, a polimerização final é feita em estufa a uma temperatura aproximada de 60°C.

Esse produto é bastante satisfatório pois durante a impregnação não ocorre muita perturbação na amostra e se consegue uma rigidez tal que durante a microtomia ela se comporta satisfatoriamente não ocorrendo a sua desintegração. Por outro lado, demora um mês para que toda a acetona da mistura seja evaporada. Esse tempo limita bastante a utilização desse produto como estabilizador da amostra.

#### 4) Araldite.

Esse produto tem sido muito usado como estabiliza

dor de amostras a serem observadas em microscópio eletrônico de transmissão. Dentre os vários tipos existentes, o que apresenta melhor desempenho é o Araldite AY 18 e o Endurecedor HZ 18 pois também possui uma viscosidade bastante baixa.

As amostras a serem impregnadas com esse produto devem receber um pré-tratamento ou com metanol ou com acetona.

Normalmente mistura-se o Araldite AY 18 com o Endurecedor HZ 18 mais um produto plastificante e mais metanol ou acetona que agem como inibidores e reduzem o choque osmótico. A mistura básica é feita na seguinte proporção volumétrica:

Araldite AY 18 - 0,50.

Endurecedor HZ 18 - 0,48.

Produto Plastificante - 0,02.

Deve-se diluir essa mistura em uma ou duas quantidades iguais de acetona ou metanol.

Após o fim do pré-tratamento com metanol ou acetona a mistura é colocada dentro do recipiente da amostra com bastante cautela. O conjunto é deixado a temperatura ambiente quando ocorre a evaporação lenta da acetona ou metanol. Normalmente a amostra atinge uma dureza satisfatória no fim de duas ou três

semanas.

Tovey (1970) experimentou o efeito da mistura do Araldite AY 18 com o metanol e a acetona. Misturou em tubos de ensaio bem limpos 5ml da solução de Araldite AY 18 com 5ml, 10ml e 20ml de metanol analítico e observou que a mistura se tornou o paca após uma hora e meia e uma forte corrente de convecção começou a ocorrer. Durante o endurecimento, o material apresentava uma cor marrom esbranquiçado, sendo que as partes brancas eram bo-lhas. Essas bolhas se espaçavam mais nas bordas que no centro do material. As três misturas se apresentaram com o mesmo volume no final do endurecimento, mostrando que todo metanol havia se eva-porado.

O mesmo tipo de experiência foi feita com acetona, e o resultado foi idêntico ao anterior.

Preparou, também, três blocos com Araldite AY 18, metanol e acetona em proporções diferentes com a finalidade de obter seções ultra-finas, para serem observadas em microscópio e letrônico de transmissão. Os blocos foram assim constituídos:

bloco a - 5ml de Araldite AY 18.

bloco b - 5ml de Araldite AY 18 + 20ml de metanol.

bloco c - 5ml de Araldite AY 18 + 20ml de acetona.

Durante o corte em ultra-micrótomo, as seções do bloco b se desintegraram bastante, enquanto que seções satisfatórias foram obtidas com os blocos a e c. As melhores seções foram obtidas com o bloco c que não apresentavam buracos quando observadas a aumentos da ordem de 50.000 vezes. Entretanto, tanto as seções do bloco b e c apresentaram marcas da lâmina do micrótomo.

Devido ao sucesso da experiência anterior ao se misturar o Araldite AY 18 com acetona, recomenda-se que o pré-tratamento da amostra deva ser feito de preferência com acetona, pois além do mais, a acetona possui tensão superficial aproximadamente igual a do metanol.

O Araldite AY 18 tem se mostrado ser o produto de melhor desempenho na impregnação de amostras para obtenção de seções ultra-finas.

#### 7.2.2.2 - Interação entre substâncias impregnantes e partículas do solo.

A interação entre as substâncias impregnantes e as partículas do solo não é totalmente entendida (Smart, 1966). Da mesma forma como foi dito para o Carbowax 6000, na parte de microscopia ótica, é de se supor que nessa interação estejam envolvidas forças eletrostáticas, ligações primárias, ligações de hi-



drogênio e forças de van der Waals.

### 7.2.2.3 - Variações das dimensões da amostra tratada com substâncias estabilizadoras.

Tovey (1970) experimentou a variação das dimensões de amostras quando impregnadas com alguns dos produtos acima. Adensou uni-dimensionalmente caulinita até  $4,0 \text{ kg/cm}^2$  e aliviou posteriormente a pressão até  $0,025 \text{ kg/cm}^2$ . As medidas foram tomadas na direção vertical (V) e na direção horizontal (H) de amostras cortadas da célula de adensamento. O valor negativo da variação da dimensão corresponde a contração e o valor positivo corresponde a expansão. Os valores obtidos no estágio intermediário correspondem ao fim do processo de impregnação, enquanto que os valores totais correspondem desde o início da impregnação até o fim do endurecimento da amostra. A relação entre V e H define o grau de anisotropia da amostra. Na tabela abaixo encontram-se os valores obtidos.

SUBSTÂNCIA IMPREGNANTE	ESTÁGIO INTERMEDIÁRIO		TOTAL		RELAÇÃO V/H
	H %	V %	H %	V %	
Araldite	+0,34	+0,46	-0,56	-0,62	1,11
Vestopal W	+1,07	-0,16	-0,47	-0,65	1,38
Durcupan Fluka	+1,08	-0,28	-1,3	+0,99	-

#### 7.2.2.4 - Microtomia das amostras.

As seções das amostras para serem observadas em microscópio eletrônico de transmissão devem ser suficientemente finas para que sejam transparentes ao feixe de eletrons.

Dentre os vários fatores que afetam o poder de resolução do microscópio, a espessura da seção é um dos principais. Em geral a espessura da seção não deve ser superior a dez vezes a resolução desejada, então a espessura deve variar entre 1000 Å e 100 Å. Normalmente tem-se usado ultra-micrótomos para obtenção dessas seções ultra-finas.

A técnica usada para a microtomia consiste em já se tendo a amostra estabilizada com qualquer um dos produtos acima, cortá-la inicialmente em várias sub-amostras retangulares com dimensões aproximadamente iguais a 10mm x 2mm x 2mm. Geralmente usa-se uma boa serra de relojoeiro para obtenção dessas sub-amostras (a partir daqui serão chamadas blocos). Afim de prover os blocos com uma capa protetora, usa-se fazer um furo, um pouco maior que o bloco, numa cápsula de gelatina, onde o bloco será colocado em contato com Araldite AY 18. Coloca-se inicialmente um pouco de Araldite AY 18 no furo da cápsula de gelatina para cobrir o fundo. A seguir, o bloco é assentado com sua face menor no fundo do furo. Após, o furo é preenchido com Araldite AY 18

até cobrir totalmente a amostra. Nessa situação o conjunto deve permanecer até que haja o endurecimento do Araldite AY 18. Após o endurecimento, a cápsula de gelatina é dissolvida com água morna, conseguindo-se assim uma capa protetora da manipulação e operação durante o corte no micrótomo. O bloco é levado para ser cortado em forma piramidal no micrótomo com lâmina de vidro. A forma da pirâmide é feita assimétrica para dar seções de forma trapezoidal. Isso ajuda na subsequente identificação, no microscópio eletrônico, da orientação e direção do corte final nas seções ultra-finas. O corte final da seção é feito usando-se micrótomo com lâmina de diamante. Antes deve-se fazer um corte de 1,0mm de espessura para retirar as partículas superficiais que foram perturbadas no corte do bloco e para que a seção tenha uma espessura uniforme. Finalmente, o corte é feito na espessura desejada.

Recomenda-se que o ângulo de inclinação da lâmina do micrótomo seja igual a  $14^{\circ}$ , o avanço da lâmina entre cada corte deva ser aproximadamente de 700Å a 900Å enquanto que a velocidade do corte deva ser de 2mm/seg. O líquido mais usado como lubrificante é o querosene, mas muitas vezes usa-se água destilada.

#### 7.2.2.5 - Defeitos das seções ultra-finas.

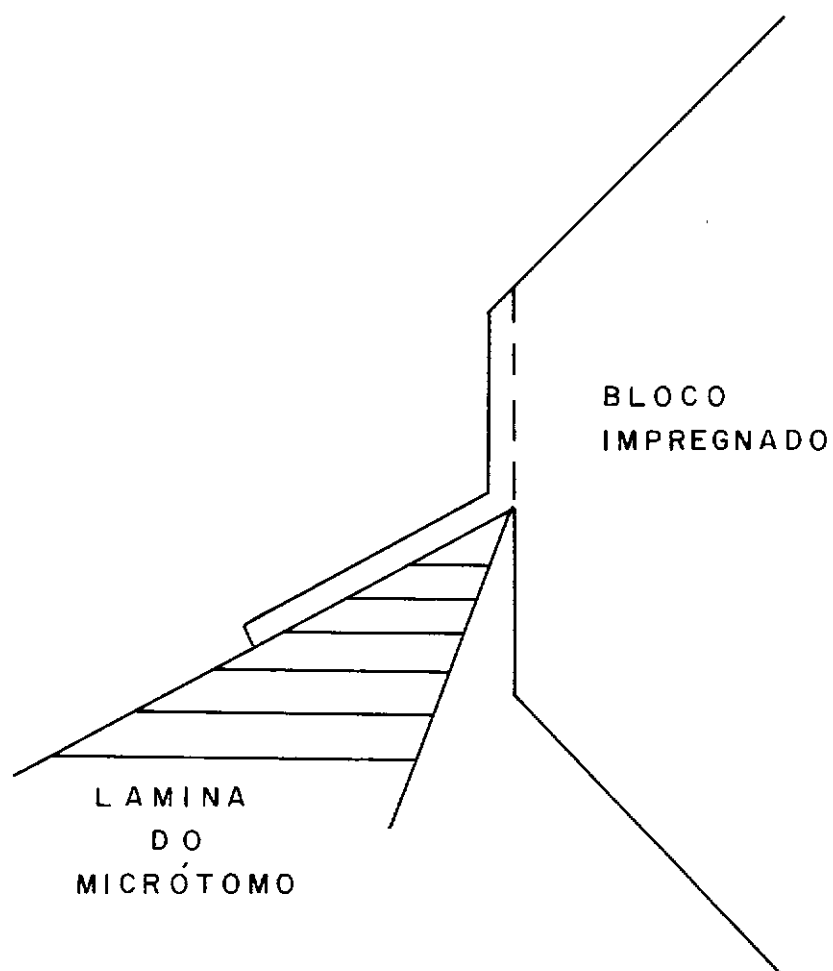
Smart (1966) observou vários defeitos que ocorrem

nas seções ultra-finas devido a diferentes origens. Esses defeitos podem ser:

- rutura devida a impregnação completa ou incompleta da amostra.
- defeitos durante a polimerização.
- rearranjo de partículas.
- defeitos instrumentais.
- ruturas durante o corte, principalmente rutura da própria partícula.
- interação das partículas da amostra com o líquido lubrificante.
- ruturas durante a montagem da seção no microscópio.

Durante o corte da seção ultra-fina ocorre considerável distorção do material. A figura a seguir é uma representação esquemática de uma seção sendo cortada do bloco em forma de pirâmide. Pode ocorrer alguma reorientação de partículas na região da seção que está solicitada a compressão durante o corte.

Normalmente não se deve usar água como lubrificante do corte das amostras impregnadas em micrótomo pois, o material absorve a água e provoca o deslocamento de partículas da seção e a formação de uma grande quantidade de pequenos buracos.



Recomenda-se que ao se usar água é necessário secar a face do bloco com papel filtro entre avanços sucessivos da lâmina do microtomo.

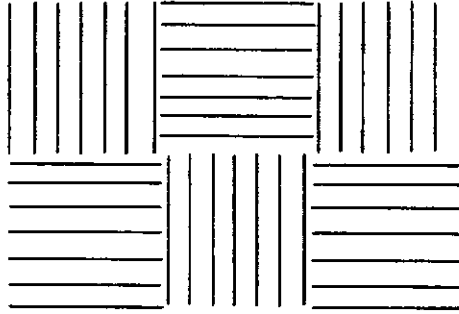
O aparecimento de veios do material impregnante no interior da amostra e o fato das partículas não tocarem umas as outras, parecendo que estão flutuando livremente na matriz constituída do material impregnante, parecem ser defeitos de impregnação e/ou polimerização.

Durante o corte, a quebra de partículas é mais intensa naquelas alinhadas na direção do corte do que nas alinhadas perpendicularmente a ele. Esse efeito do corte é esquematizado na figura a seguir. Muito cuidado deve-se tomar com a quebra de partículas, para que não se faça uma idéia errônea da tecedura.

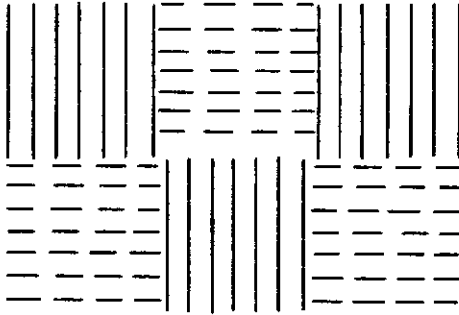
### 7.2.3 - Réplicas.

As réplicas são filmes muito finos, para serem transparentes ao feixe de eletrons. Esses filmes ao entrarem em contato com a amostra ficam impressionados com a tecedura superficial. O uso da réplica na observação em microscópio eletrônico de transmissão tem mostrado bom desempenho pois se obtém uma resolução muito boa, da ordem de 20 Å.

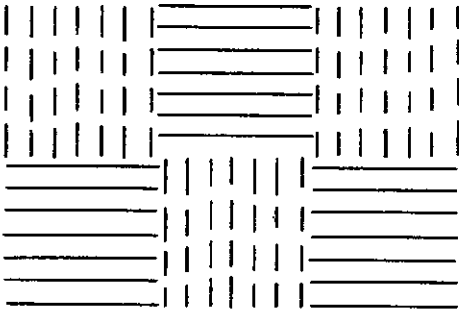
ORIGINAL



← CORTE →



CORTE



Esses filmes devem ser suficientemente rígidos para suportarem o seu arrancamento da superfície da amostra. Devem suportar também o bombardeamento de eletrons e nem o filme ou o metal que é usado para sombreamento da réplica deve conter qualquer tipo de estrutura que possa obscurecer os detalhes da superfície original.

Normalmente as réplicas são feitas da superfície que foram obtidas por fraturamento ou descascamento de amostras secas. Como a maioria das técnicas de secagem de amostra já foi abordada na microscopia eletrônica de varredura, iremos nos concentrar no preparo da réplica propriamente dita.

#### 7.2.3.1 - Preparo da réplica.

O preparo da réplica se divide em duas fases:

a) preparo do filme sobre a superfície replicada ou replicação propriamente dita.

b) arrancamento do filme da superfície replicada.

a) Replicação.

Vários materiais podem ser usados no preparo dos filmes. Normalmente esses filmes ou são de plástico, sílica ou



carbono e podem ser preparados por processos de um, dois ou três estágios.

A limitação da réplica de plástico é a sua baixa resistência. As réplicas de sílica são limitadas pelo ataque do ácido fluorídico (HF), que é usado na etapa seguinte do seu preparo. Entretanto, as réplicas de carbono são as que possuem melhor desempenho.

A técnica de replicação mais eficiente consiste em se colocar a amostra já seca dentro de um equipamento semelhante ao usado para dar cobertura metálica em amostras preparadas para microscopia eletrônica de varredura. O material usado para o preparo da réplica é aquecido eletricamente no interior do equipamento onde se faz um vácuo da ordem de  $10^{-4}$  torr a  $10^{-5}$  torr. O material ao ser aquecido, se evapora, e os átomos do material caminham através o vácuo em direção a amostra onde eles aterrisam e permanecem. Devem existir diversas fontes de material evaporado no interior do equipamento para que se consiga uma cobertura uniforme da superfície de preferência a amostra deve também possuir diversos movimentos no interior do equipamento para melhor uniformizar a cobertura. Normalmente quando se está replicando superfícies com topografia muito acidentada não se consegue uma espessura constante da réplica.

O material que vai se depositando na amostra fica impressionado com a techedura superficial, constituindo assim a réplica.

Afim de facilitar a interpretação da réplica e sobressair a topografia da amostra, usa-se sombreá-la com materiais metálicos. Esse sombreamento pode ser aplicado antes da replicação, isto é, em cima da superfície da amostra, ou pode ser aplicado sobre a réplica, após o seu preparo, depois de extraída da amostra. Normalmente o sombreamento antes da réplica é preferível pois o equipamento usado para o sombreamento é o mesmo usado para a replicação. Então sem ter que remover a amostra do equipamento, faz-se o sombreamento e logo após faz-se a replicação. O sombreamento feito após a replicação é muito moroso e perigoso pois exige uma manipulação maior da réplica. Muitos materiais podem ser usados para o sombreamento. De um modo geral, prefere-se usar metais com altas densidades eletrônicas em camadas finas do que camadas espessas de metais com baixa densidade eletrônica. Deve-se também ter cuidado com a granulação desses metais pois podem afetar a resolução da réplica. O metal que apresenta melhor desempenho é a platina, pois consegue-se uma boa resolução e é resistente ao ácido fluorídrico usado durante a fase de arrancamento das partículas de argila aderentes à réplica.

#### b) Arrancamento da réplica.

Ao fim da replicação da superfície é necessário que o filme seja arrancado da superfície para ser observado.

O arrancamento do filme é feito mecanicamente. Usa-se forçar por debaixo da réplica o seu levantamento com instrumentos de pontas bem finas. Essa etapa deve ser feita com bastante cautela para que não haja fragmentação da réplica. Como durante essa etapa costumam vir partículas de solo aderentes a réplica, elas devem ser retiradas do filme, geralmente, por substâncias químicas. A substância mais usada nessa etapa é uma solução aguosa de ácido fluorídrico (HF), onde a réplica deve ser banhada inúmeras vezes. Após a retirada das partículas de argila da réplica, ela deve ser banhada inúmeras vezes com água destilada com álcool, para retirar o ácido fluorídrico remanescente.

#### 7.2.3.2 - Limitações da réplica.

As réplicas por serem filmes muito finos, estão sujeitas a vários defeitos que ocorrem durante as diversas fases de seu preparo. Esses defeitos podem levar a interpretação errônea da tecedura que se está observando.

A principal limitação da réplica é de não se poder fixar uma tecedura definitiva da superfície replicada. As figuras a seguir ilustram essa limitação. Nelas é mostrado, em linha tracejada, a seção transversal da mesma réplica. Vê-se que para a mesma réplica existem quatro interpretações diferentes da mesma superfície.

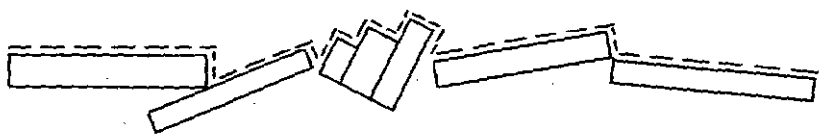
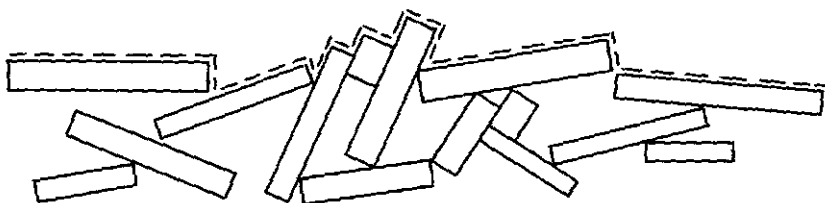
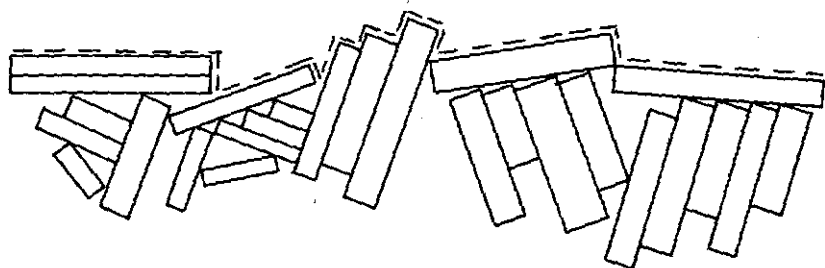
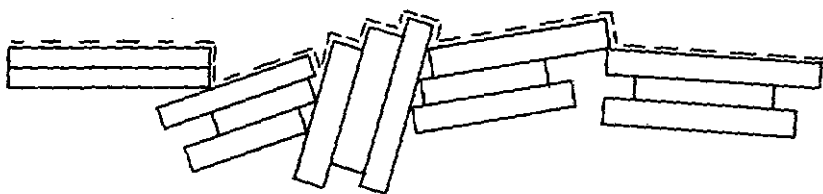
### 7.3 - VANTAGENS E DESVANTAGENS DA MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE TRANSMISSÃO.

A principal vantagem da microscopia eletrônica de transmissão é possuir um poder de resolução maior que a microscopia eletrônica de varredura, devido principalmente ao tipo de material utilizado para observação.

Permite o estudo da distribuição, forma e tamanho dos poros e principalmente o estudo da estrutura das partículas do solo.

As imagens não são distorcidas devido a própria estrutura do aparelho.

Não apresenta bom desempenho para estudo da distribuição espacial de partículas pois as seções ultra-finas só conseguem revelar o arranjo de partículas num só plano e as ré-



plicas se limitam a tecedura mais superficial das amostras.

Mais uma vez, recomenda-se que o estudo de teceduras com microscópio eletrônico de transmissão seja feito em paralelo com microscópio ótico para se poder varrer uma maior porção das amostras em observação.

## CAPÍTULO VIII

CONCLUSÕES.

Dos métodos de observação de teceduras estudados, podemos afirmar que a microscopia eletrônica de varredura apresenta o melhor desempenho. Esse método nos permite resolver as partículas de argila e permite a observação tri-dimensional da distribuição espacial das partículas. Os métodos de preparo de amostras secas descritos não são muito sofisticados e causam pouca perturbação na tecedura original do material. Somente os processos de congelamento e secagem e a secagem supercrítica são mais sofisticados, sendo que, no método de congelamento e secagem, a fase de sublimação é bastante problemática e duvidosa. Entretanto, o método de secagem ao ar pode ser usado sem se correr o risco de alta perturbação da amostra. Com isso a observação de amostras torna-se bastante simples.

Devido as pequenas dimensões das amostras usadas na microscopia eletrônica de varredura deve-se fazer estudo de teceduras em paralelo com a microscopia ótica, pois, se consegue uma maior varredura da amostra. Além do mais, o preparo das lâminas de solo para a microscopia ótica é bastante simples.

2ª PARTE

OBSERVAÇÃO DE AMOSTRAS



## CAPÍTULO I

INTRODUÇÃO

Essa parte do presente trabalho visa o estudo de teceduras de seis tipos de solos através da microscopia eletrônica de varredura. Para tal foram tiradas aproximadamente 300 microfotografias, ao todo.

Esse estudo visa a caracterização de algumas teceduras típicas e a identificação de algumas partículas constituintes dos solos. Para essa última finalidade nos baseamos no trabalho de Bates (1958).

## CAPÍTULO II

INSTRUMENTAÇÃO E MÉTODOS

O microscópio eletrônico de varredura usado foi o da marca CAMBRIDGE, modelo MARK IIA.

As amostras indeformadas dos solos foram cortadas com cortador de arame fino nas dimensões aproximadas de 50mm x 10mm x 10mm. Nessas dimensões, as amostras foram deixadas secar ao ar até a constância de peso. A seguir, eram colocadas em dissecador com sílica gel até, também, constância de peso.

Todas as superfícies foram obtidas por fraturamento com uma ação de flexão e/ou tração das amostras.

As superfícies receberam a cobertura metálica com ouro, somente. O controle da eficiência da cobertura foi feito por tentativa, ou seja, dava-se uma primeira cobertura bem fina e observava-se, em microscópio, se a amostra estava carregando. Assim se conseguia a espessura ideal da cobertura.

O equipamento utilizado para coberturas foi o evaporador KINNEY VACUM, modelo KSE-2A-M, possuindo somente uma fonte de evaporação mas dotado de dispositivo que permite a amostra

ter vários movimentos. Com isso se obteve coberturas bem uniformes.

A seguir, está separado por capítulos o estudo de cada tipo de solo.

## CAPÍTULO III

CAULIM

Esse material foi adquirido da Fábrica de Porcela na Pedro II, em forma pulverizada.

O material para observação foi preparado na forma dispersa, conforme descrito na primeira parte.

Os dois tipos de minerais predominantes são a caulinita e a haloisita.

A caracterização do material é a seguinte:

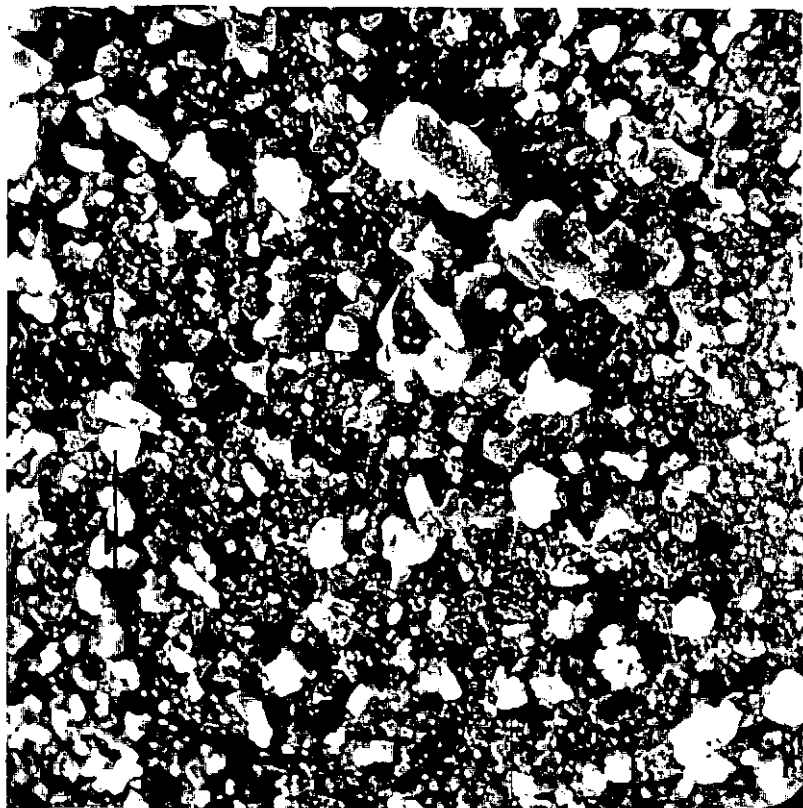
- Argila - 100%
- Limite de Liquidez - 44%
- Limite de Plasticidade - 32%

Fig. 3.1 - CAULIM

Amostra dispersa.

A fotografia a seguir mostra um aspecto geral da superfície da amostra, onde já se pode reconhecer as partículas claras como sendo caulinita.

Número	Ângulo de Observação	Aumento	Escala.
12142	21°	500 x	40 <i>μ</i>



### Fig. 3.2 - CAULIM

Amostra dispersa.

As fotografias a seguir são pares estereoscópicos onde a diferença do ângulo de observação é de  $3^{\circ}$ . Elas objetivam mostrar que as partículas que parecem ser individuais, são pacotes de partículas de caulinita.

Número	Ângulo de Observação	Aumento	Escala
a)12140	$18^{\circ}$	5.000x	4 <i>M</i>
b)12141	$21^{\circ}$	5.000x	4 <i>M</i>

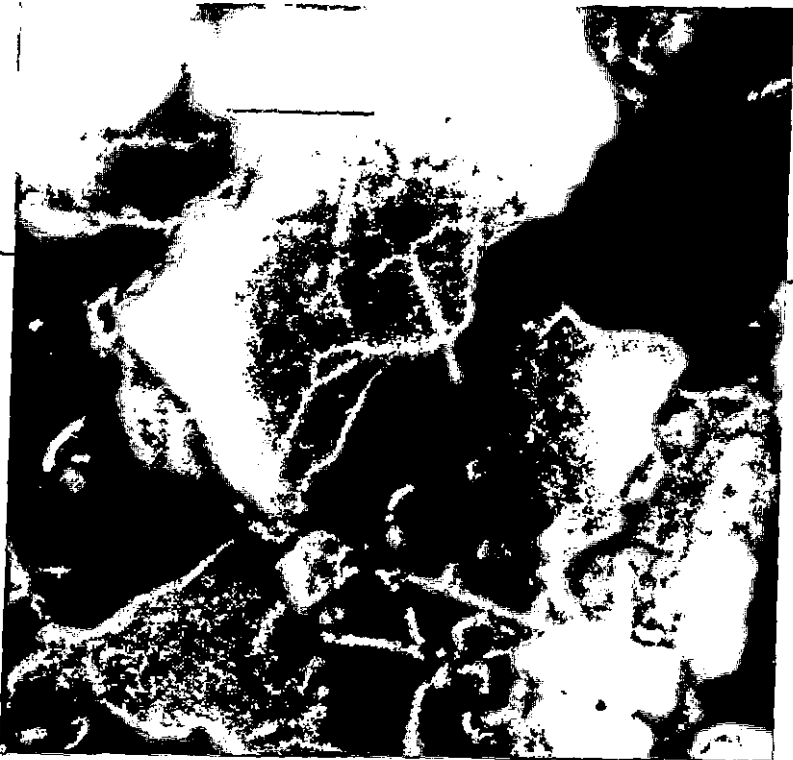




Fig. 3.3 - CAULIM

Amostra dispersa.

As fotografias a seguir ilustram como as partículas de caulinita podem possuir diversas formas, artificiais, diferentes daquela quase hexagonal natural. Além do mais, pela sua maior dimensão essa partícula seria classificada como um silte.

Número	Ângulo de Observação	Aumento	Escala
a)12144	21°	2.000x	10 <i>μ</i>
b)12147	21°	5.000x	4 <i>μ</i>



(a)



(b)

### Fig. 3.4 - CAULIM

Amostra dispersa.

As três fotografias a seguir mostram um pacote bem geométrico de partículas de caulinita. A sequência detalha os contatos face-face do empacotamento.

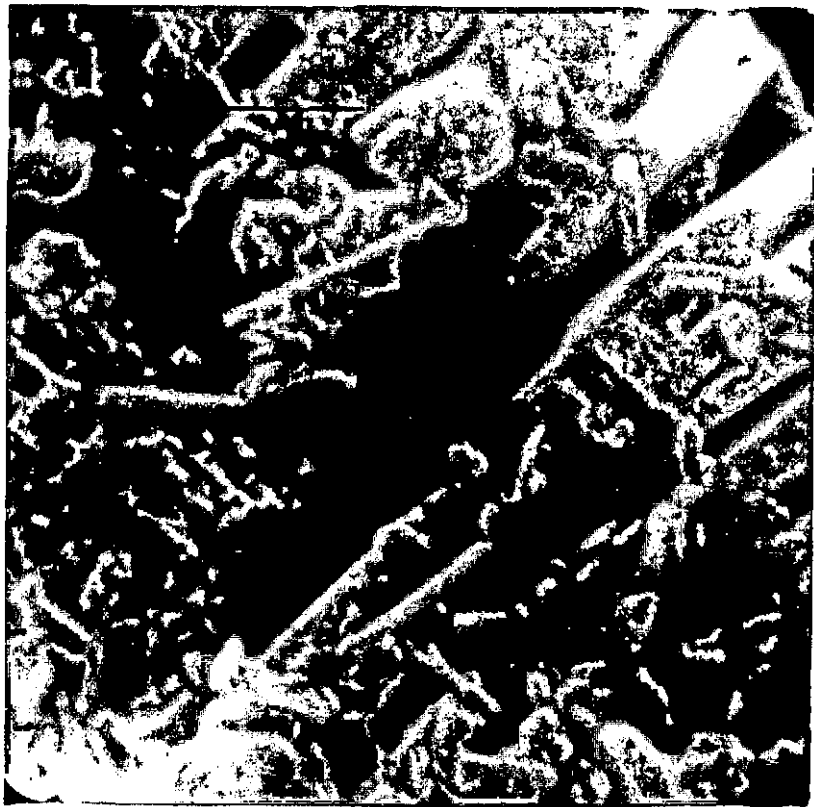
Número	Ângulo de Observação	Aumento	Escala
a)12145	21°	2.000x	10 $\mu$
b)12146	21°	5.000x	4 $\mu$
c)12147	21°	10.000x	2 $\mu$



(a)



(b)



(c)

### Fig. 3.5- CAULIM

Amostra dispersa.

As fotografias a seguir são pares estereoscópicos onde a diferença do ângulo de observação é de  $4^{\circ}$ . Nelas podemos ver contatos bordo-bordo e bordo-face de pacotes de caulinita.

Número	Ângulo de Observação	Aumento	Escala
a)12148	$21^{\circ}$	5.000x	4 <i>M</i>
b)12149	$25^{\circ}$	5.000x	4 <i>M</i>

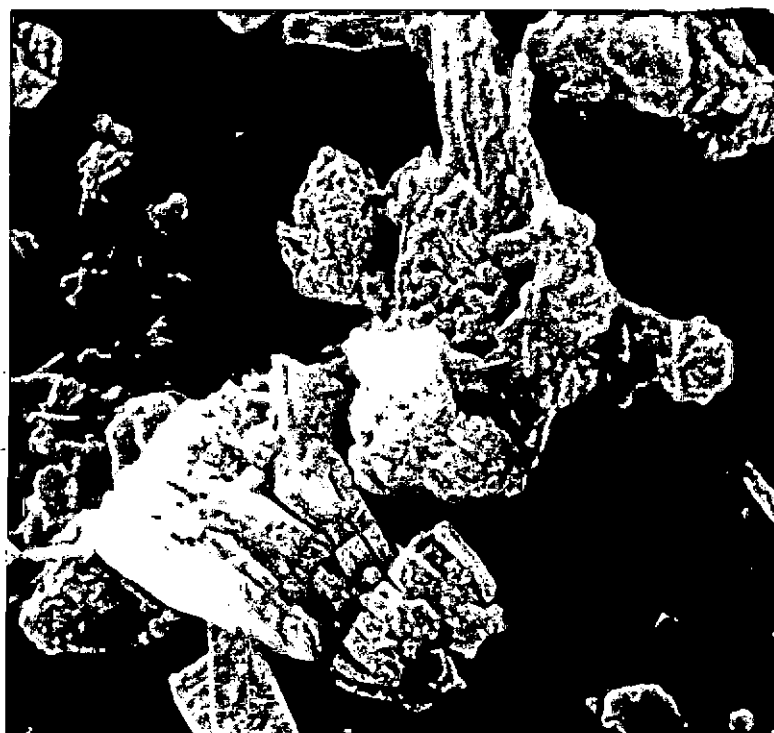


Fig. 3.6 - CAULIM

Amostra dispersa.

As três fotografias a seguir mostram um pacote de partículas de caulinita em forma de leque. Principalmente na fotografia c vê-se que as partículas assumiram essa forma, artificialmente.

Número	Ângulo de Observação	Aumento	Escala
a)12152	25°	1.000x	20 <i>μ</i>
b)12150	25°	2.000x	10 <i>μ</i>
c)12151	25°	5.000x	4 <i>μ</i>





(a)



(b)



(c)

Fig. 3.7 - CAULIM

Amostra dispersa.

A sequência de cinco fotografias a seguir mostra grumos de haloisita em forma bastante interessante. O diâmetro externo dos tubos de haloisita é da ordem de  $0,25\mu$  e o interno da ordem de  $0,05\mu$ .

Número	Ângulo de Observação	Aumento	Escala
a)12158	$25^{\circ}$	2.000x	10 $\mu$
b)12176	$25^{\circ}$	5.000x	4 $\mu$
c)12177	$25^{\circ}$	10.000x	2 $\mu$
d)12173	$25^{\circ}$	10.000x	2 $\mu$
e)12174	$25^{\circ}$	20.000x	1 $\mu$



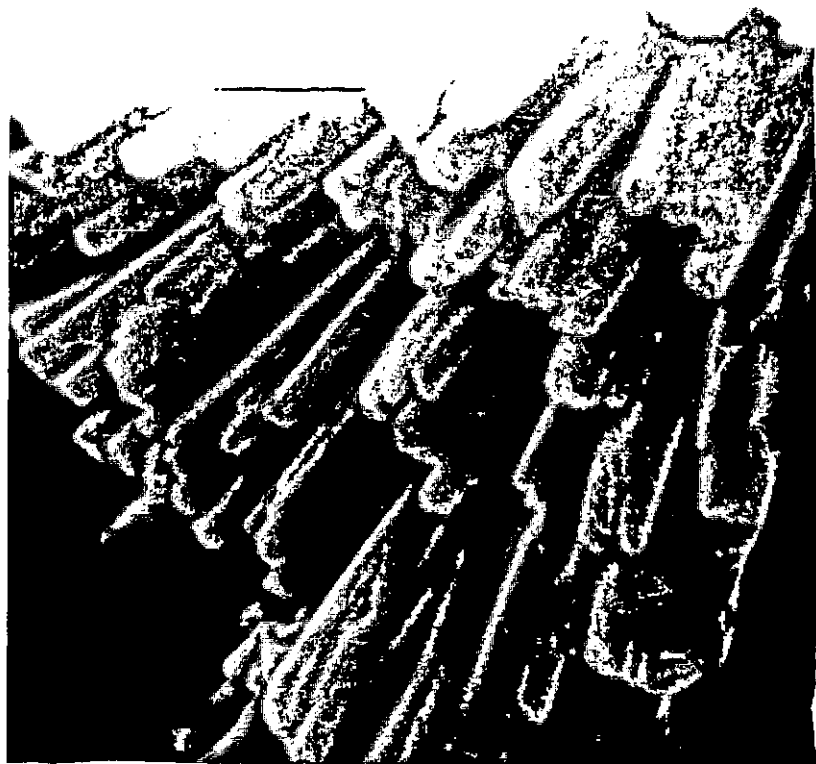
(a)



(b)



(c)



(d)



(e)

## CAPÍTULO IV

ARGILA PERUANA.

Esse material nos foi cedido pelo colega Juan Menendez que o trouxe do Peru. A amostragem foi feita em blocos in deformados.

A caracterização do material é a seguinte:

- Umidade natural - 63%
- Granulometria
  - Areia Fina - 27%
  - Silte - 44%
  - Argila - 29%
- Limite de liquidez - 53%
- Limite de Plasticidade - 42%

Fig. 4.1 - ARGILA PERUANA

Amostra indeformada.

A fotografia a seguir mostra uma carcaça de sílica (diatomácea) que provavelmente indica a origem sedimentar, marinho, do material.

Número	Ângulo de Observação	Aumento	Escala
12282	0°	3.000x	7 <i>μ</i>





Fig. 4.2 - ARGILA PERUANA.

Amostra indeformada.

A sequência de fotografias a seguir mostra nódulos de pirita.

Número	Ângulo de Observação	Aumento	Escala
a)12382	20°	6.000x	3 M
b)12381	20°	15.000x	1 M
c)12380	20°	30.000x	0,7 M



(a)



(b)



(c)

### Fig. 4.3 - ARGILA PERUANA

Amostra indeformada.

As duas fotografias a seguir são pares estereoscópicos onde a diferença do ângulo de observação é de  $6^{\circ}$ . Podemos ver grumos de material argiloso arranjados em diferentes formas.

Número	Ângulo de Observação	Aumento	Escala
a)12386	$20^{\circ}$	1.450x	14 M
b)12387	$26^{\circ}$	1.450x	14 M

ALVARENGA, MÁRIO MÁRCIO  
(mestrado)

Estruturas de Solas Métodos de Observação

Dez. 74

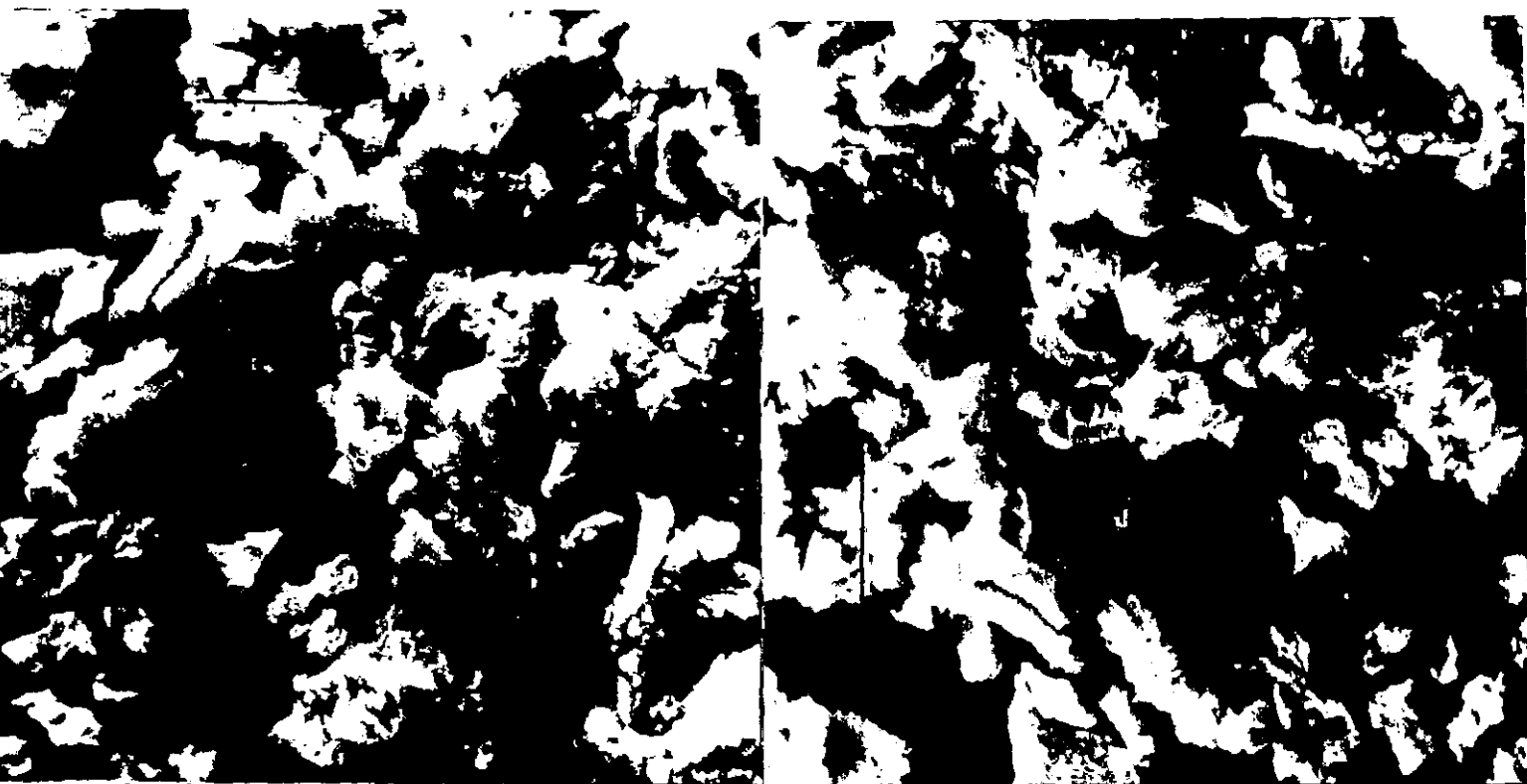


Fig. 4.4 - ARGILA PERUANA

Amostra indeformada.

As duas fotografias a seguir são pares estereoscópicos onde a diferença do ângulo de observação é de  $6^{\circ}$ . Nelas vemos grumos de material argiloso em forma de cachos e partículas com dimensões entre silte e areia fina com formas bem interessantes. A terceira fotografia é um detalhe melhor da forma dessas partículas maiores.

Número	Ângulo de Observação	Aumento	Escala
a)12391	$26^{\circ}$	2.900x	7 <i>ml</i>
b)12392	$20^{\circ}$	2.900x	7 <i>ml</i>
c)12393	$20^{\circ}$	2.900x	7 <i>ml</i>







(c)

Fig. 4.5 - ARGILA PERUANA

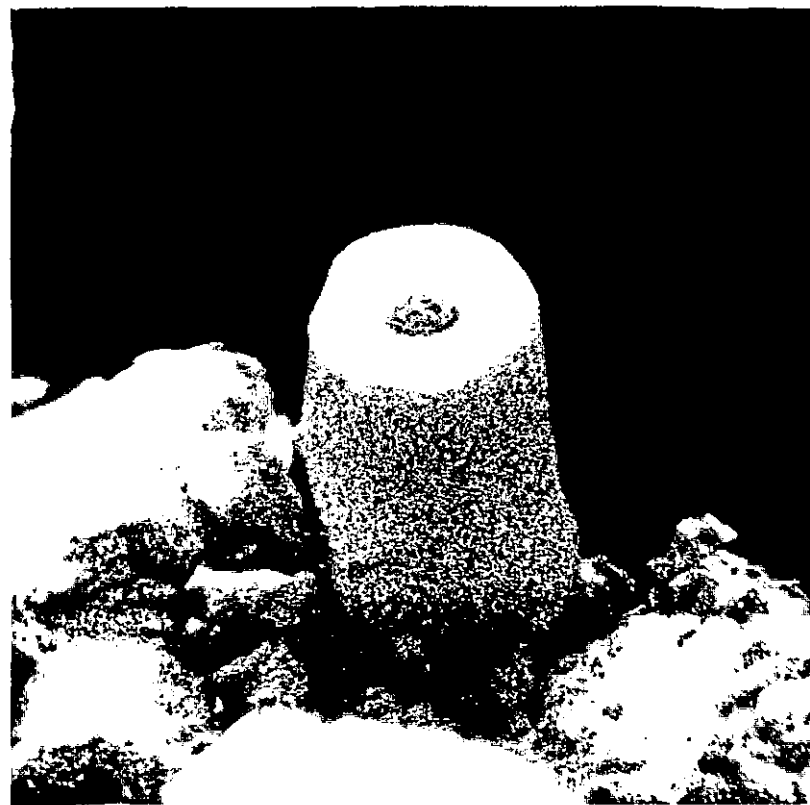
Amostra indeformada.

As duas fotografias a seguir mostram um tubo bem definido geometricamente. A caracterização desse tubo nos é desconhecida.

Número	Ângulo de Observação	Aumento	Escala
a)12394	20°	2.900x	7 <i>pl</i>
b)12397	20°	7.250x	3 <i>pl</i>



(a)



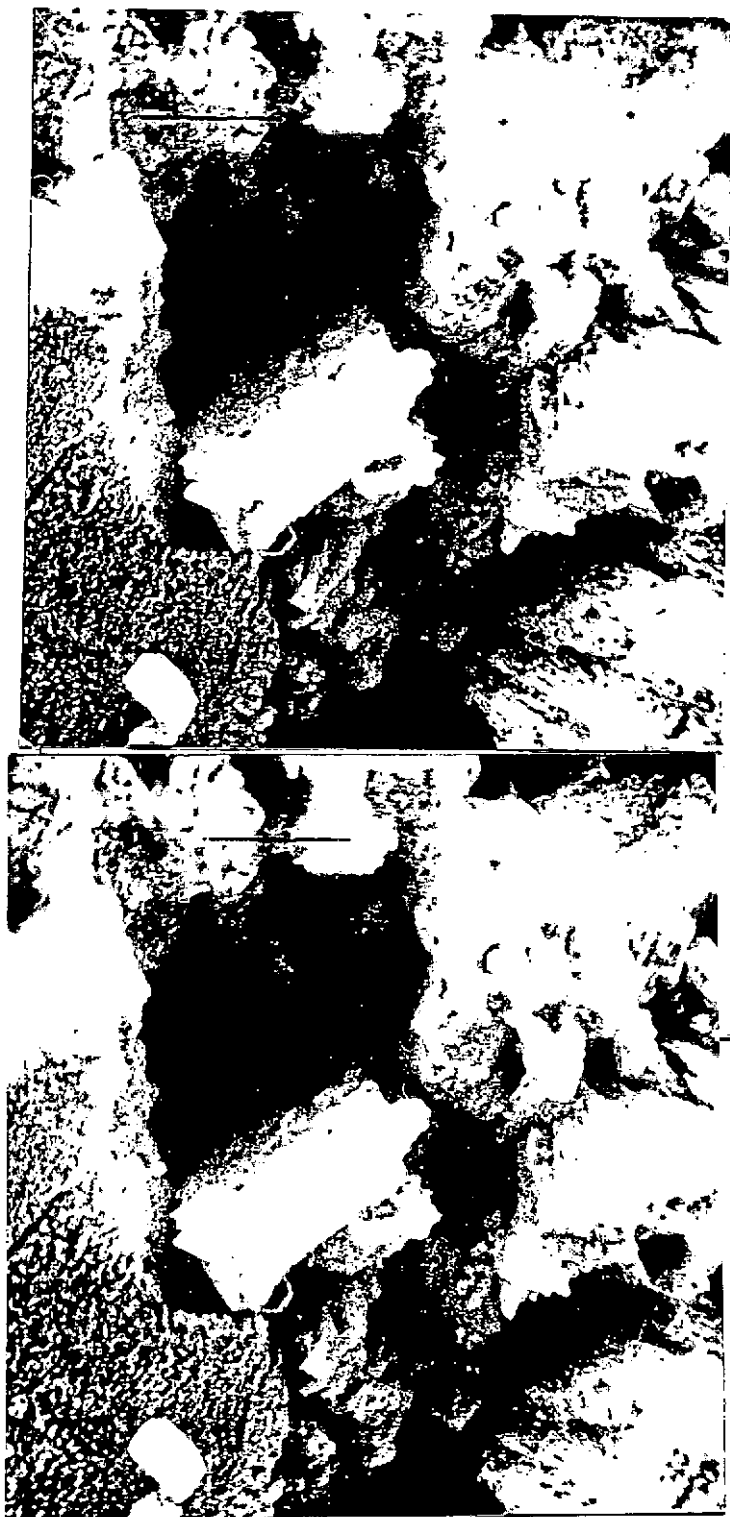
(b)

Fig. 4.6 - ARGILA PERUANA

Amostra indeformada.

As duas fotografias a seguir são pares estereoscópicos onde a diferença do ângulo de observação é de  $5^{\circ}$ . Nelas é mostrado como a superfície da amostra é bastante acidentada topograficamente o que é evidenciado pelas zonas sombreadas e brilhantes.

Número	Ângulo de Observação	Aumento	Escala
a)12400	$20^{\circ}$	2.900x	7 M
b)12401	$25^{\circ}$	2.900x	7 M



## CAPÍTULO V

AREIA DO METRÔ

Esse material nos foi cedido pelo colega Francisco Peixoto que o está utilizando para estudo de parâmetros de Kondner. As informações a seguir foram obtidas com ele.

O material foi amostrado em blocos indeformados a uma profundidade entre 10m e 11m, na cava do Metrô do Rio de Janeiro. O local da amostragem se situa ao lado do Palácio Monroe. É de origem sedimentar, marinho, e basicamente constituído de areia com bastante mica.

A caracterização do material é a seguinte:

- Umidade Natural - 23%
- Granulometria.
  - Areia grossa - 4%
  - Areia Média - 18%
  - Areia Fina - 63%
  - Silte - 7%
  - Argila - 8%
- Limite de Liquidez - 33%
- Limite de Plasticidade - 22%.

Fig. 5.1 - AREIA DO METRÔ

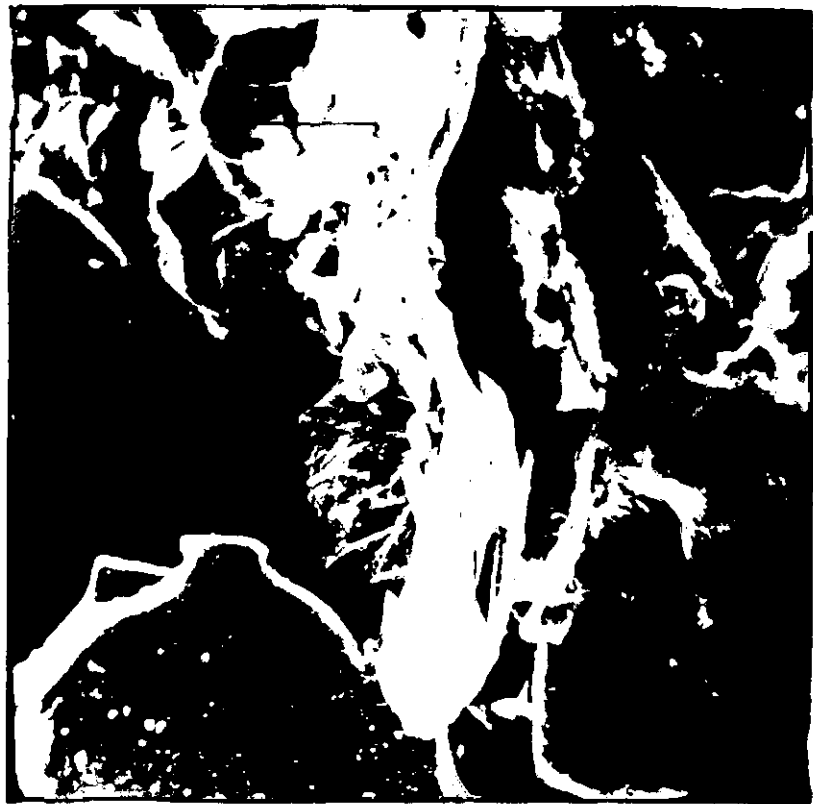
Amostra indeformada.

A sequência de quatro fotografias a seguir mostra um agregado de partículas argilosas formando uma ponte de ligação entre partículas de areia.

Número	Ângulo de Observação	Aumento	Escala
a)12183	29°	120x	167 <i>M</i>
b)12186	29°	245x	82 <i>M</i>
c)12185	29°	620x	32 <i>M</i>
d)12184	29°	1.200x	17 <i>M</i>



(a)



(b)





(c)



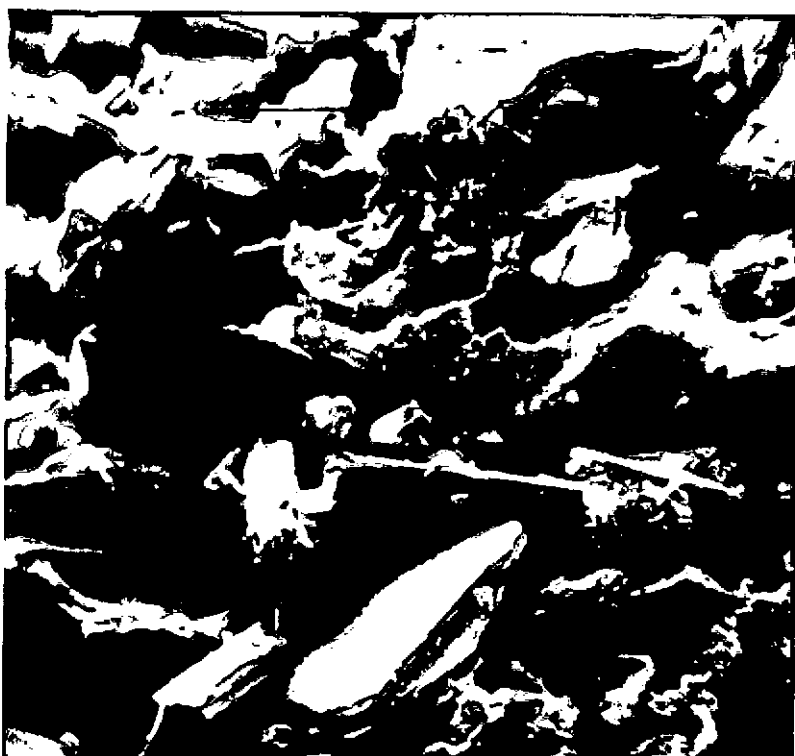
(d)

Fig. 5.2 - AREIA DO METRÔ

Amostra indeformada.

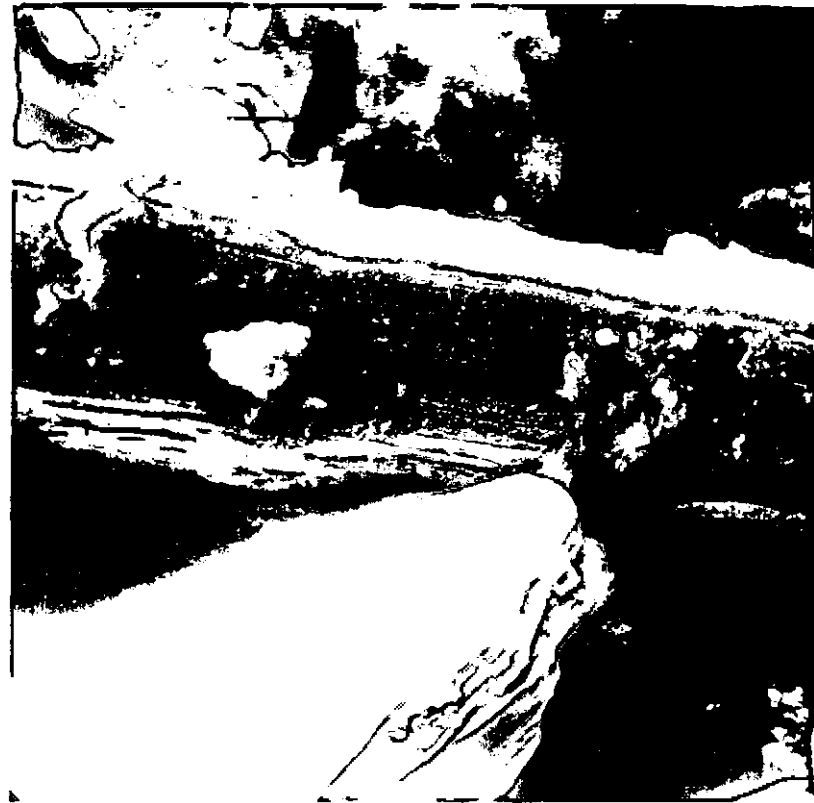
As duas primeiras fotografias a seguir são pares estereoscópicos onde a diferença do ângulo de observação é de  $4^{\circ}$ . Nelas vemos partículas constituídas de folhetos de mica com dimensões de areia fina, grãos de quartzo e feldspato e alguma matéria orgânica. As outras fotografias detalham os contatos entre partículas no entorno da partícula de mica.

Número	Ângulo de Observação	Aumento	Escala
a)12195	$30^{\circ}$	160x	125 M
b)12196	$34^{\circ}$	160x	125 M
c)12192	$30^{\circ}$	310x	65 M
d)12194	$30^{\circ}$	780x	26 M
e)12191	$30^{\circ}$	310x	65 M





(c)



(d)



(e)

Fig. 5.3 - AREIA DO METRÔ

Amostra indeformada.

A fotografia a seguir detalha a superposição dos folhetos de mica.

Número	Ângulo de Observação	Aumento	Escala
12198	25°	800x	25 <i>μ</i>



Fig. 5.4 - AREIA DO METRÔ

Amostra indeformada.

As três fotografias a seguir detalham o contato entre partículas de mica com dimensões de areia fina. A sequência crescente de aumento mostra um contato sem cimentação, entre partículas.

Número	Ângulo de Observação	Aumento	Escala
a)12200	25°	150x	133 M
b)12201	25°	300x	67 M
c)12202	25°	800x	25 M





(a)



(b)



(c)

Fig. 5.5 - AREIA DO METRÔ

Amostra indeformada.

A sequência de cinco fotografias mostra um grão constituído de plaquetas de mica que ainda guarda a forma do feldspato de origem.

Número	Ângulo de Observação	Aumento	Escala
a)12215	20°	140x	143 M
b)12216	20°	280x	72 M
c)12217	20°	700x	29 M
d)12218	20°	1.400x	14 M
e)12219	20°	2.800x	7 M



(a)



(b)



(c)



(d)



(e)

## Fig. 5.6 - AREIA DO METRÔ

Amostra indeformada.

As duas fotografias a seguir são pares estereoscópicos onde a diferença do ângulo de observação é de  $4^{\circ}$ . É mostrado um grão de quartzo envolto por par tículas de mica com seu aspecto peculiar.

Número	Ângulo de Observação	Aumento	Escala
a)12230	$34^{\circ}$	280x	71 <i>M</i>
b)12231	$30^{\circ}$	280x	71 <i>M</i>





## CAPÍTULO VI

SOLO RESIDUAL DE BASALTO

Esse material é um solo residual de basalto do Estado do Paraná. A amostragem foi feita em blocos indeformados.

A caracterização do material é a seguinte:

- Umidade Natural - 29%
- Granulometria
  - Areia Fina - 28%
  - Silte - 38%
  - Argila - 34%
- Limite de Liquidez - 62%
- Limite de Plasticidade - 41%

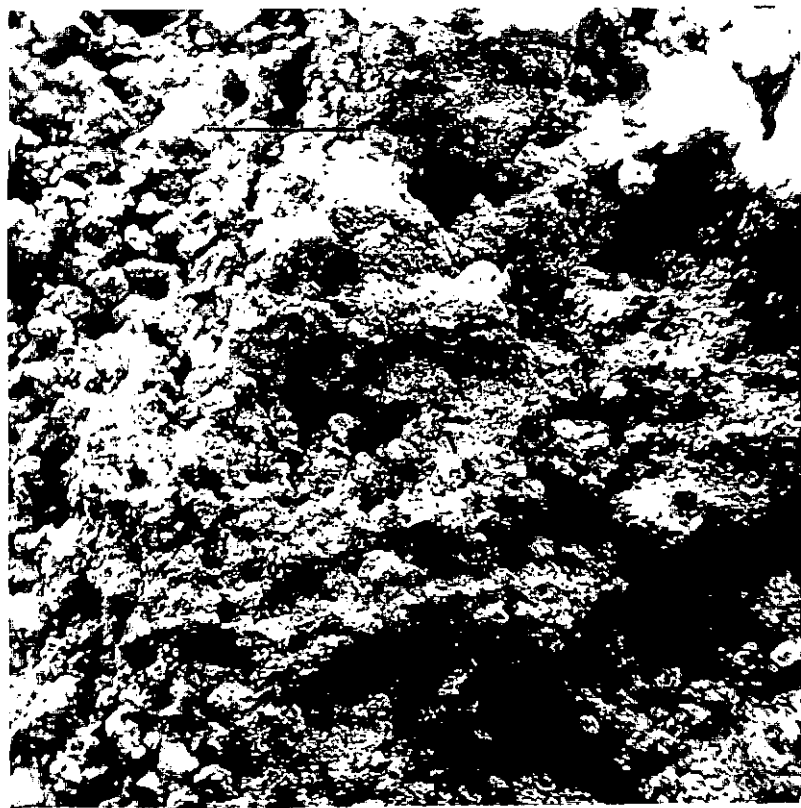
# Fig. 6.1 - SOLO RESIDUAL DE BASALTO

Amostra indeformada.

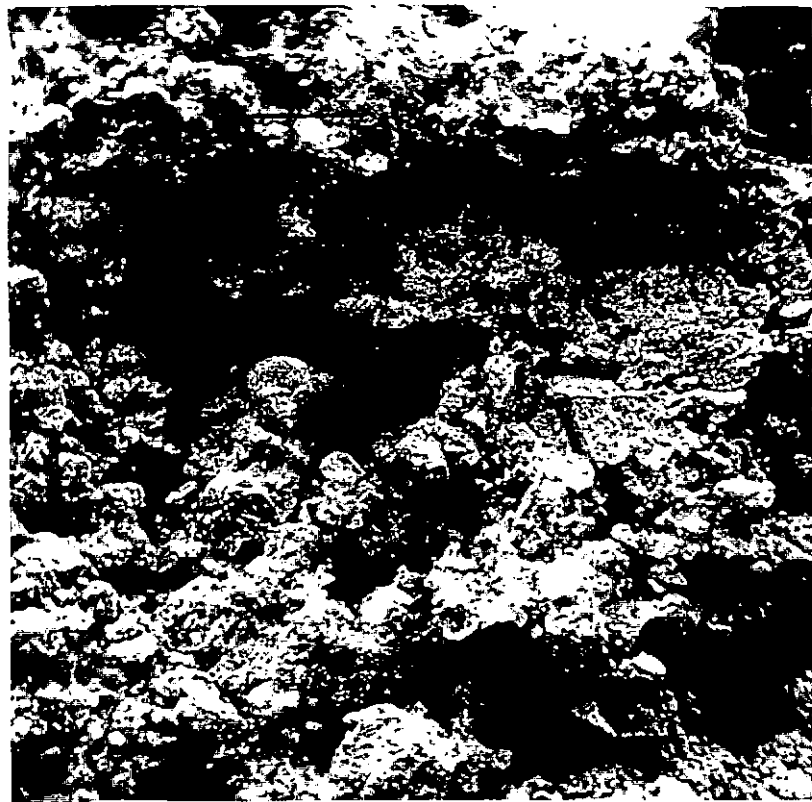
As duas fotografias a seguir mostram um aspecto geral da superfície da amostra.

Com os aumentos das fotografias, ainda não se consegue saber se as figuras são grumos de partículas ou partículas isoladas.

Número	Ângulo de Observação	Aumento	Escala
a)12454	30°	25x	800 <i>M</i>
b)12455	30°	60x	333 <i>M</i>



(a)



(b)

Fig. 6.2 - SOLO RESIDUAL DE BASALTO

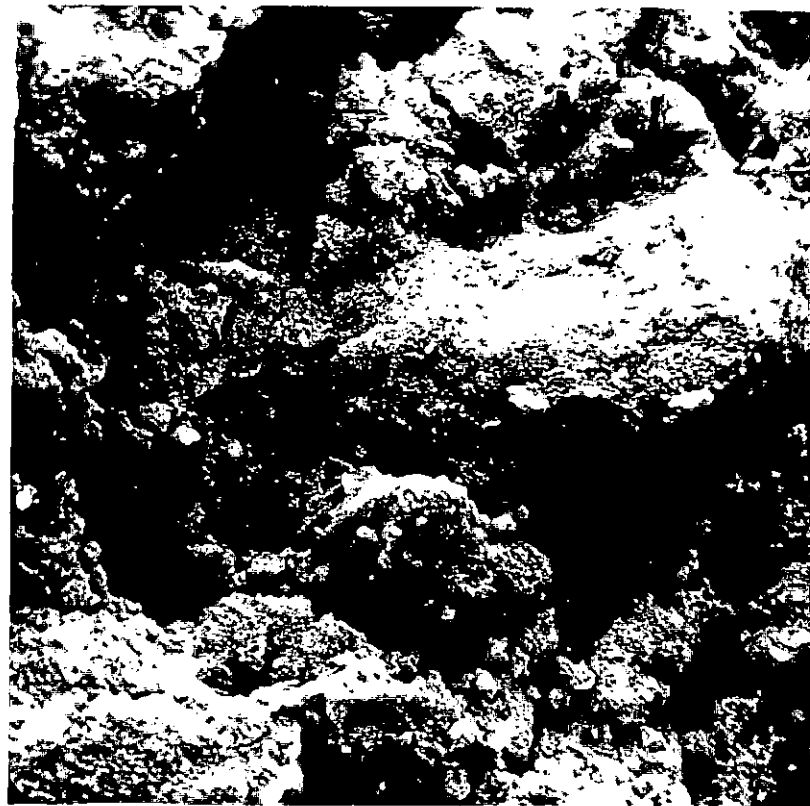
Amostra indeformada.

As quatro fotografias a seguir mostram partículas maiores de areia fina e silte recobertas por grumos de partículas menores cimentadas provavelmente por óxidos. A sequência crescente de aumentos detalha essa cobertura e a cimentação entre partículas maiores.

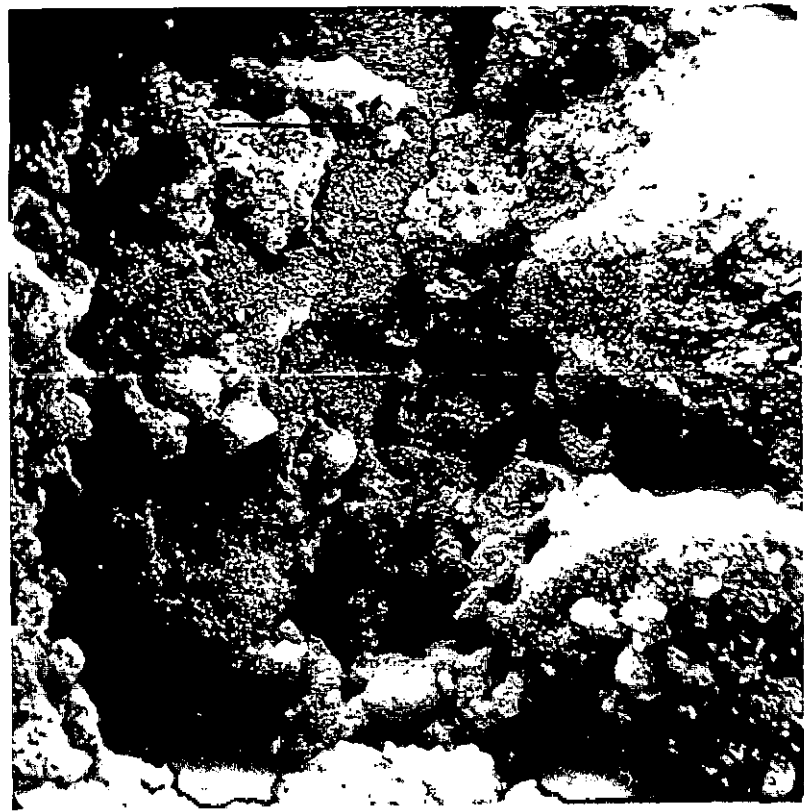
Número	Ângulo de Observação	Aumento	Escala
a)12465	30°	260x	77 M
b)12466	30°	650x	31 M
c)12467	30°	1.300x	15 M
d)12469	30°	2.600x	7,7 M



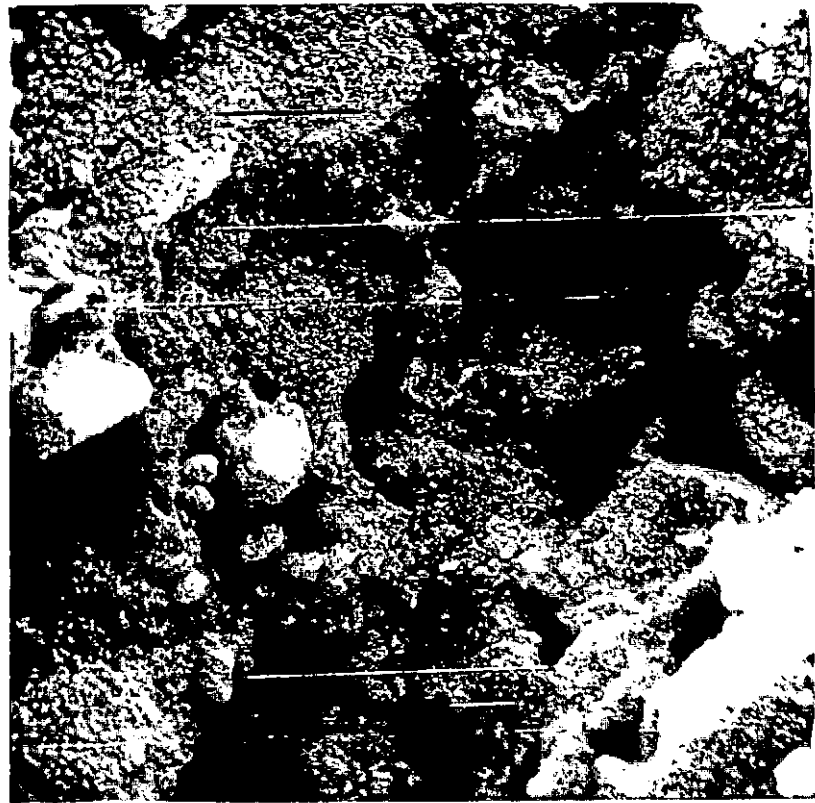
(a)



(b)



(c)



(d)

### Fig. 6.3 - SOLO RESIDUAL DE BASALTO

Amostra indeformada.

As duas fotografias a seguir detalham o contato entre partículas de areia fina. É mostrado que no contato existem partículas menores que provavelmente são grumos de partículas argilosas cimentadas por óxidos.

Número	Ângulo de Observação	Aumento	Escala
a)12488	30°	650x	31 M
b)12489	30°	1.300x	15 M



(a)



(b)



Fig. 6.4 - SOLO RESIDUAL DE BASALTO

Amostra indeformada.

A fotografia a seguir mostra grãos de areia fina e silte completamente recobertos por grumos de partículas menores cimentadas provavelmente por óxido.

Número	Ângulo de Observação	Aumento	Escala
12464	30°	1.300x	15 M



Fig. 6.5 - SOLO RESIDUAL DE BASALTO

Amostra indeformada.

As quatro fotografias a seguir mostram o detalhe de um grão de areia fina coberto por grumos de partículas menores possivelmente cimentadas por óxidos. Pode-se ver também a cimentação entre partículas maiores.

As estrias horizontais que aparecem nas fotografias a, c e d são devidas a um defeito de varredura do microscópio que não foi possível ser sanado durante a observação.

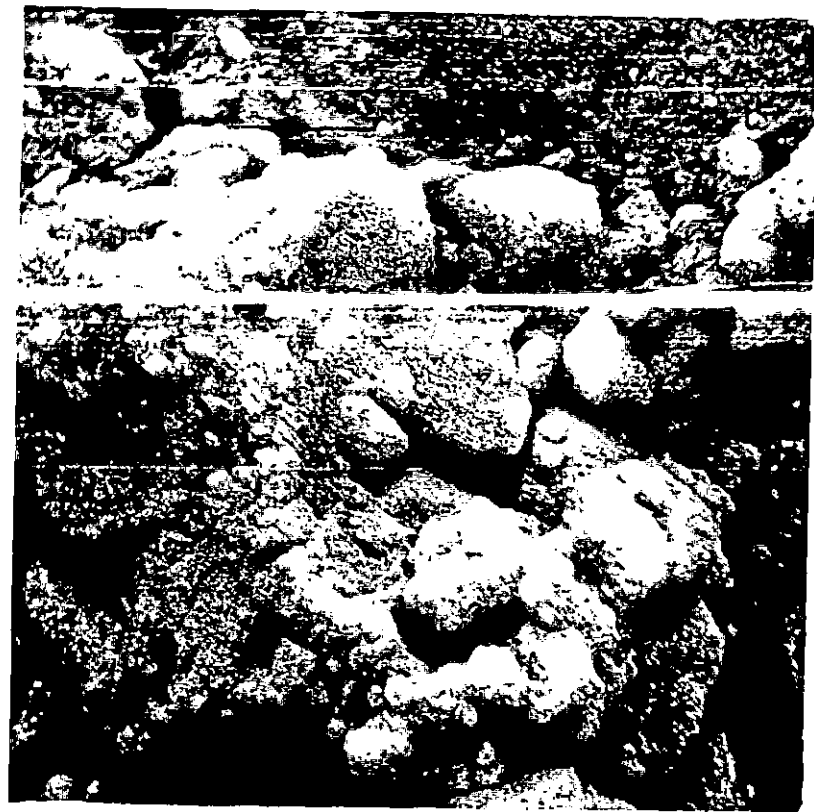
Número	Ângulo de Observação	Aumento	Escala
a)12456	30°	260x	77 M
b)12460	30°	650x	31 M
c)12458	30°	1.300x	15 M
d)12459	30°	2.600x	7,7 M



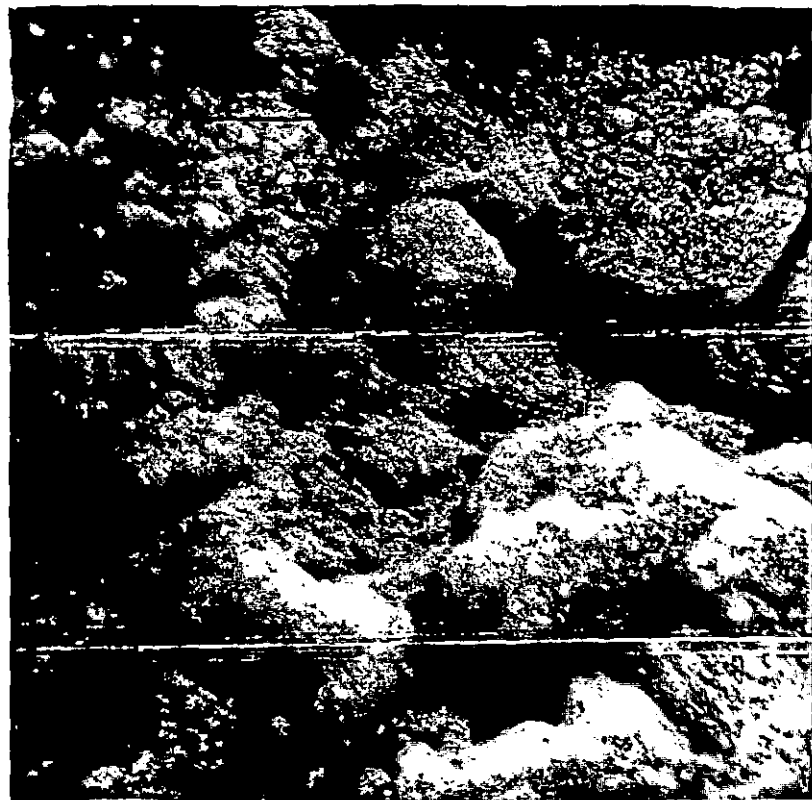
(a)



(b)



(c)



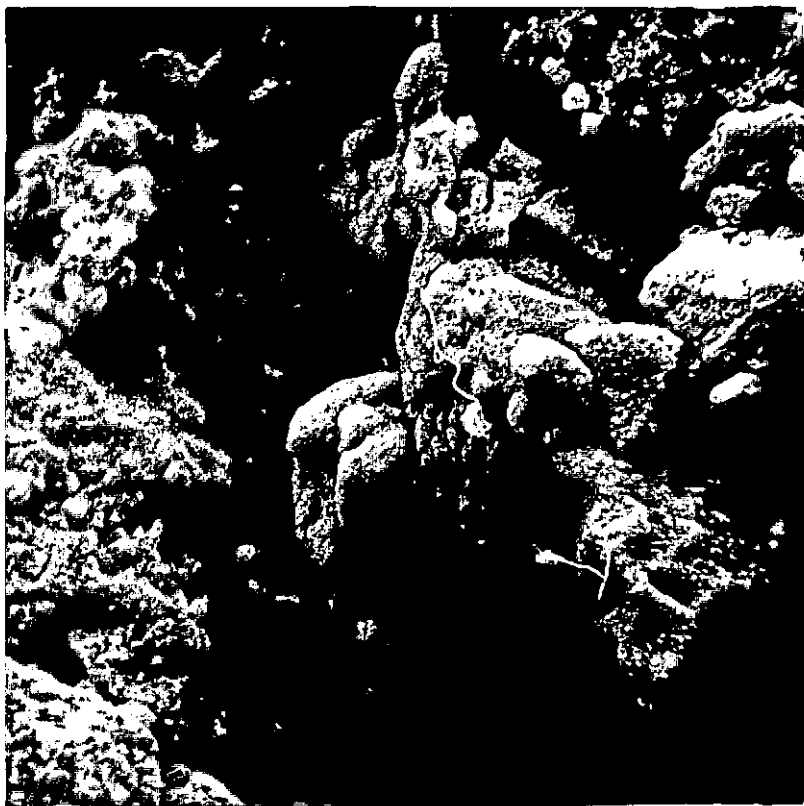
(d)

## Fig. 6.6 - SOLO RESIDUAL DE BASALTO

Amostra indeformada.

A primeira fotografia a seguir mostra uma partícula maior se "apoiando" em outra onde no contato existem grumos de partículas. As outras duas fotografias a seguir são pares estereoscópicos onde a diferença no ângulo de observação é de  $4^{\circ}$ . Elas mostram detalhadamente esse contato.

Número	Ângulo de Observação	Aumento	Escala
a)12491	$30^{\circ}$	650x	31 $\mu$
b)12492	$30^{\circ}$	1.300x	15 $\mu$
c)12493	$34^{\circ}$	1.300x	15 $\mu$



(a)





## Fig. 6.7 - SOLO RESIDUAL DE BASALTO

Amostra indeformada.

As duas fotografias a seguir mostram o efeito resultante de uma amostra que não foi perfeitamente seca. A amostra ao entrar em contato com o vácuo do equipamento e sendo aquecida pelo feixe de eletrons se fissurou. Consequentemente houve carregamento eletrostático.

Número	Ângulo de Observação	Aumento	Escala
a)10031	$30^{\circ}$	2.400x	8 M
b)10032	$30^{\circ}$	6.000x	3 M



(a)



(b)

## Fig. 6.8 - SOLO RESIDUAL DE BASALTO

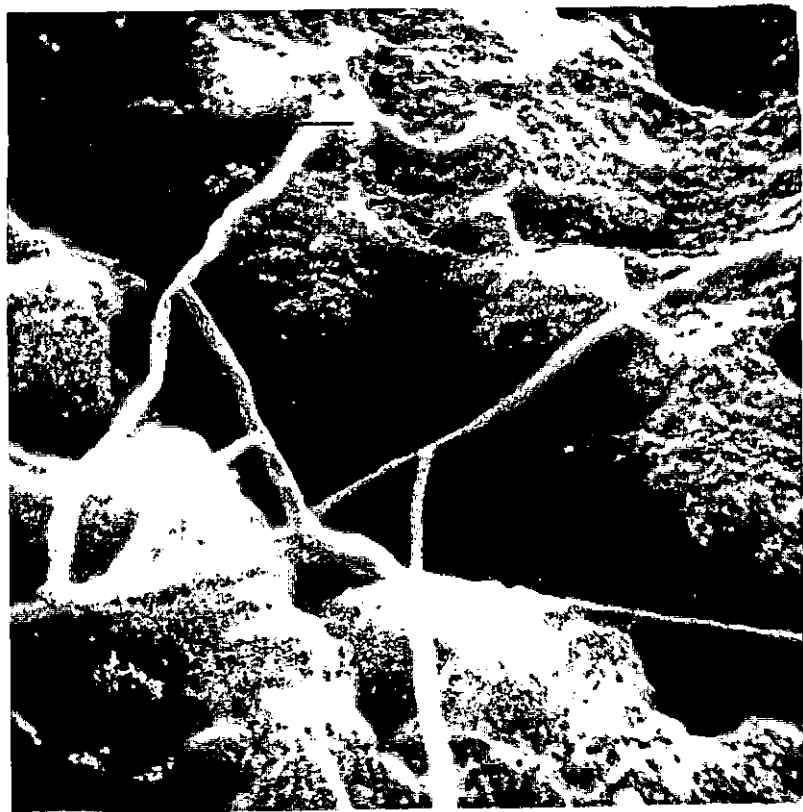
Amostra indeformada.

As duas fotografias a seguir mostram a baixa do poder de resolução devido ao excesso de deposição da cobertura metálica de ouro.

A fotografia a mostra raízes que são muito encontradas nesse material.

A fotografia b mostra grumos de partículas ou partículas maiores que não puderam ser resolvidas.

Número	Ângulo de Observação	Aumento	Escala
a)12067	28°	5.000x	4 $\mu$
b)12068	28°	1.000x	20 $\mu$



(a)



(b)

# Fig. 6.9 - SOLO RESIDUAL DE BASALTO

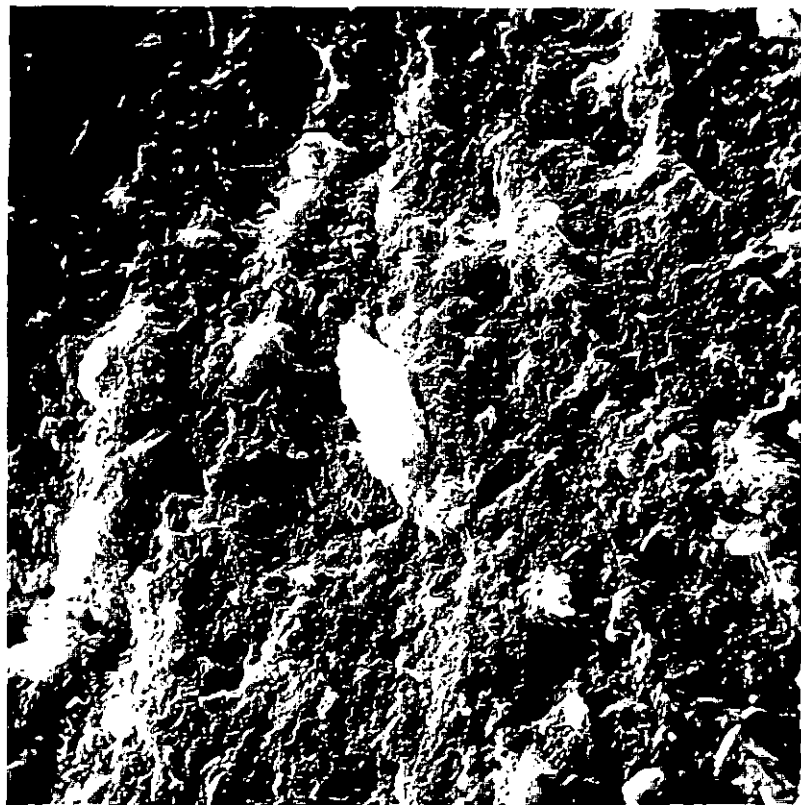
Amostra indeformada, impregnada com Carbowax 6.000 pelo método descrito na primeira parte.

As duas fotografias a seguir mostram como as substâncias impregnantes mascaram a tecedura, principalmente a baixos aumentos.

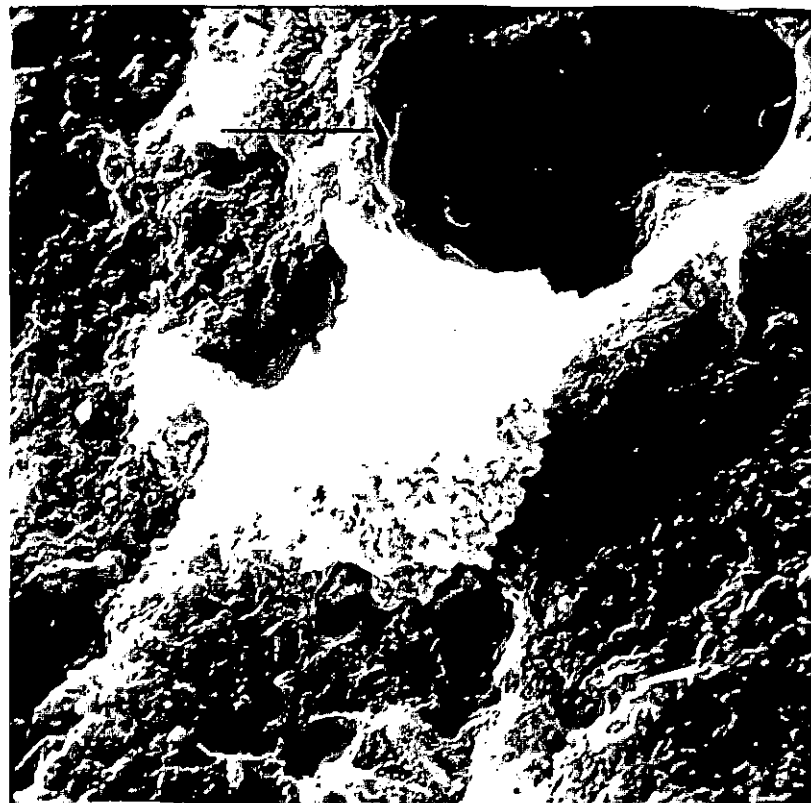
A fotografia a mostra a pintura que a substância impregnante dá na superfície da amostra.

A fotografia b mostra um "derrame" de Carbowax na proximidade de um buraco.

Número	Ângulo de Observação	Aumento	Escala
a) 9956	18°	1.000x	20 M
b) 9958	20°	2.600x	7 M



(a)



(b)

## CAPÍTULO VII

MASSAPÊ

Esse material nos foi cedido pelo colega Juan Menendez que o utilizou no estudo de estabilização com cal.

As informações a seguir foram extraídas de Menendez (1973).

O material é um tipo de solo expansivo encontrado no Recôncavo Baiano, próximo a Aratu. A amostragem foi feita em blocos indeformados na profundidade de 1,0 metro.

Pela análise com raios X e pela análise térmica diferencial, os minerais argílicos predominantes são: montmoril<sub>o</sub>nita, caulinita e illita.

A caracterização do material é a seguinte:

- Umidade Natural - 43%
- Granulometria.
  - Areia - 23%
  - Silte - 12%
  - Argila - 64%

- Limite de Liquidez - 93%
- Limite de Plasticidade - 37%.



Fig. 7.1 - MASSAPÊ

Amostra indeformada.

A fotografia a seguir mostra um aspecto geral da superfície da amostra. Nela vemos grãos de areia média e fina completamente pintados por material argiloso, como será detalhado nas próximas figuras.

Número	Ângulo de Observação	Aumento	Escala
12509	30°	65x	308 M

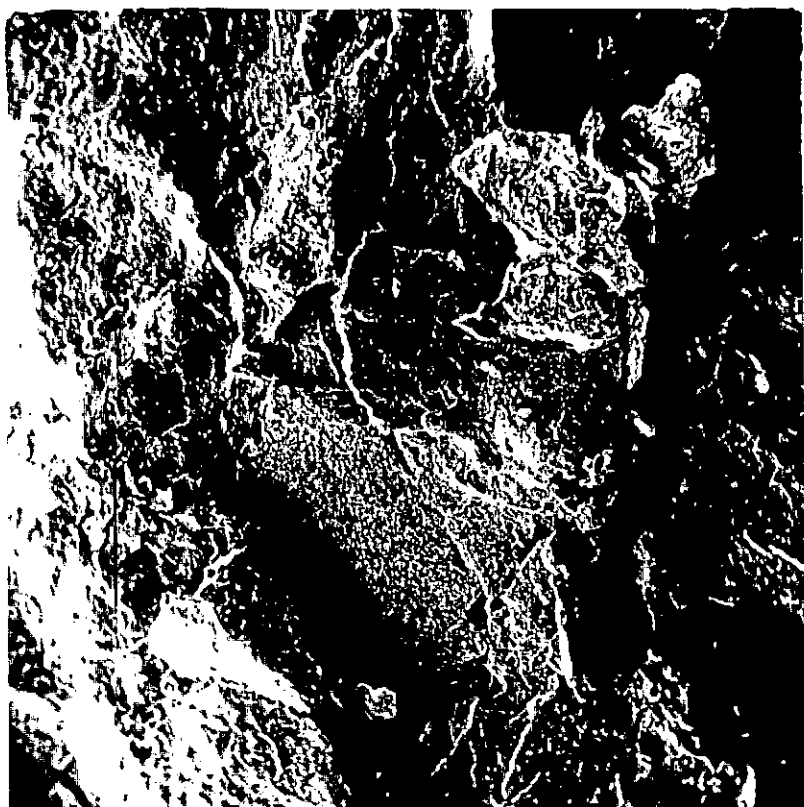
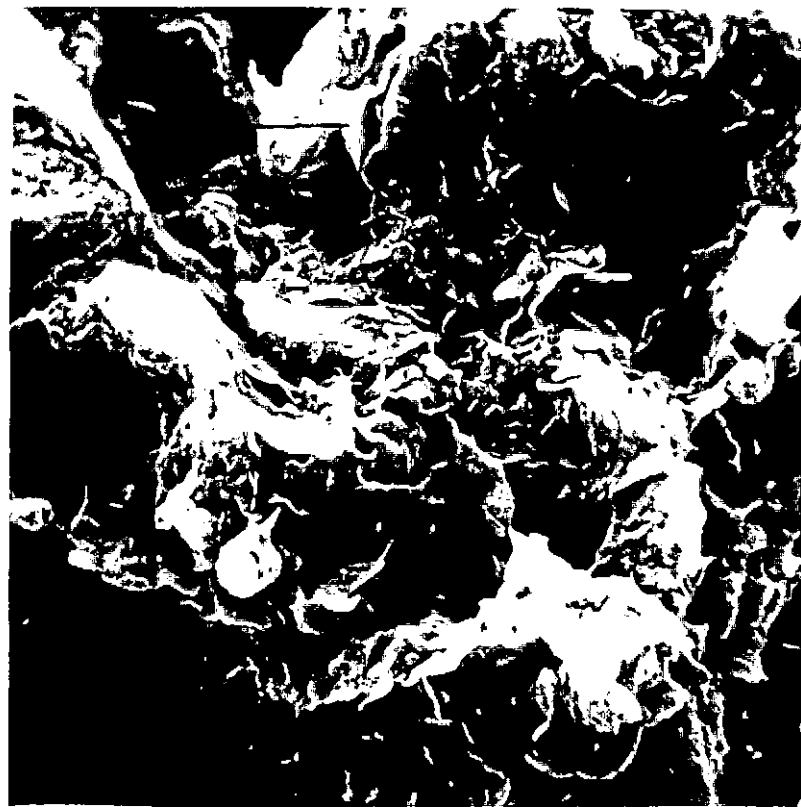


Fig. 7.2 - MASSAPÊ

Amostra indeformada.

A série de sete fotografias a seguir ilustram os diferentes arranjos de partículas de montmorilonita que recobrem os grãos de silte e areia.

Número	Ângulo de Observação	Aumento	Escala
a)12506	30 <sup>0</sup>	2.600x	8 M
b)12507	30 <sup>0</sup>	6.500x	3 M
c)12508	30 <sup>0</sup>	13.000x	1,5 M
d)12510	30 <sup>0</sup>	6.500x	3 M
e)12552	30 <sup>0</sup>	6.250x	3 M
f)12551	30 <sup>0</sup>	12.500x	2 M
g)12564	30 <sup>0</sup>	5.750x	3 M



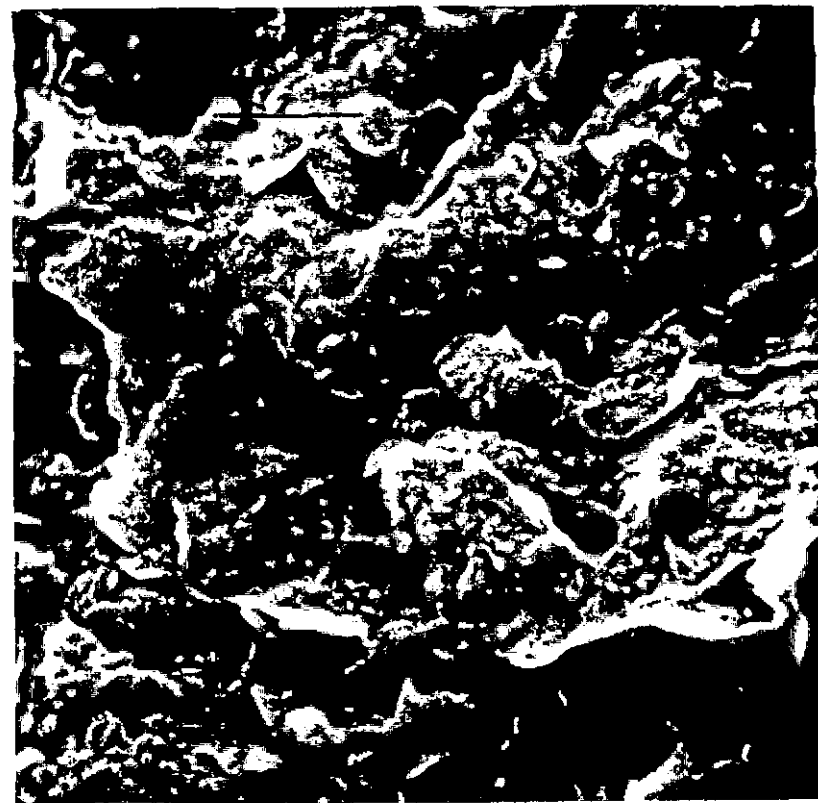
(a)



(b)



(c)



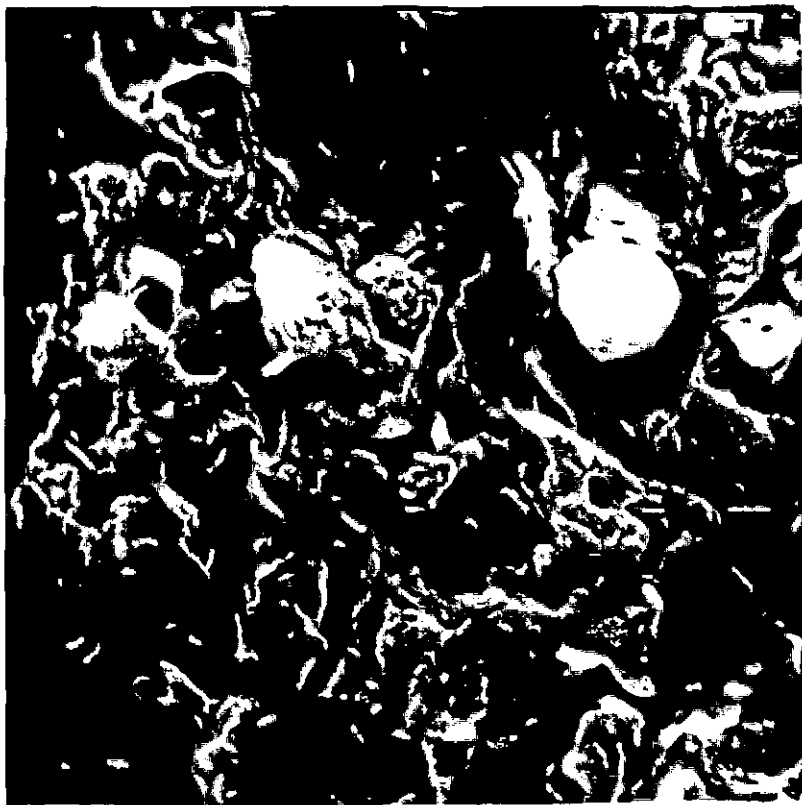
(d)



(e)



(f)



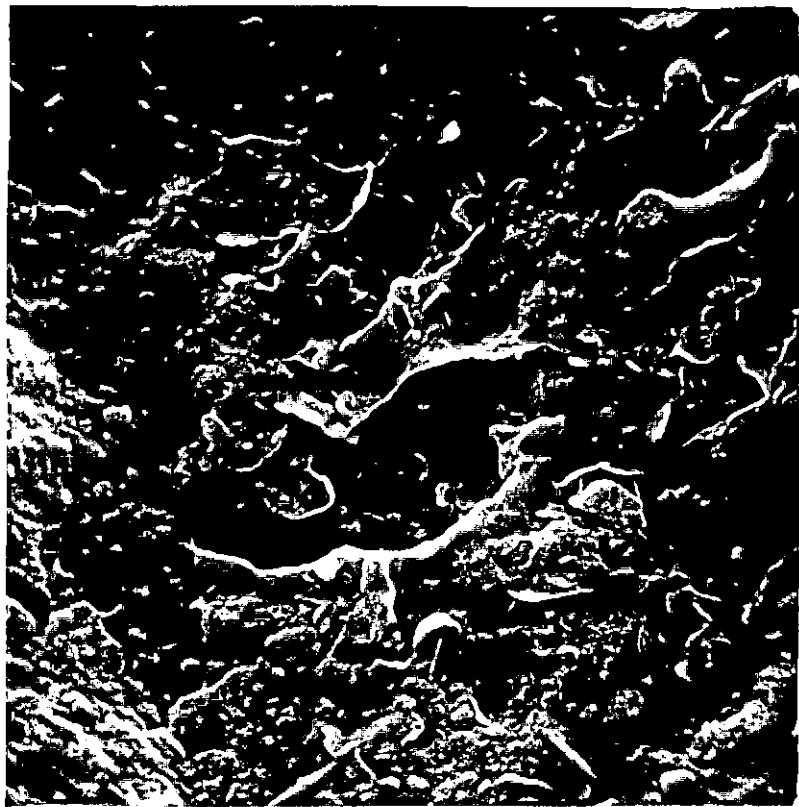
### Fig. 7.3 - MASSAPÊ

Amostra indeformada.

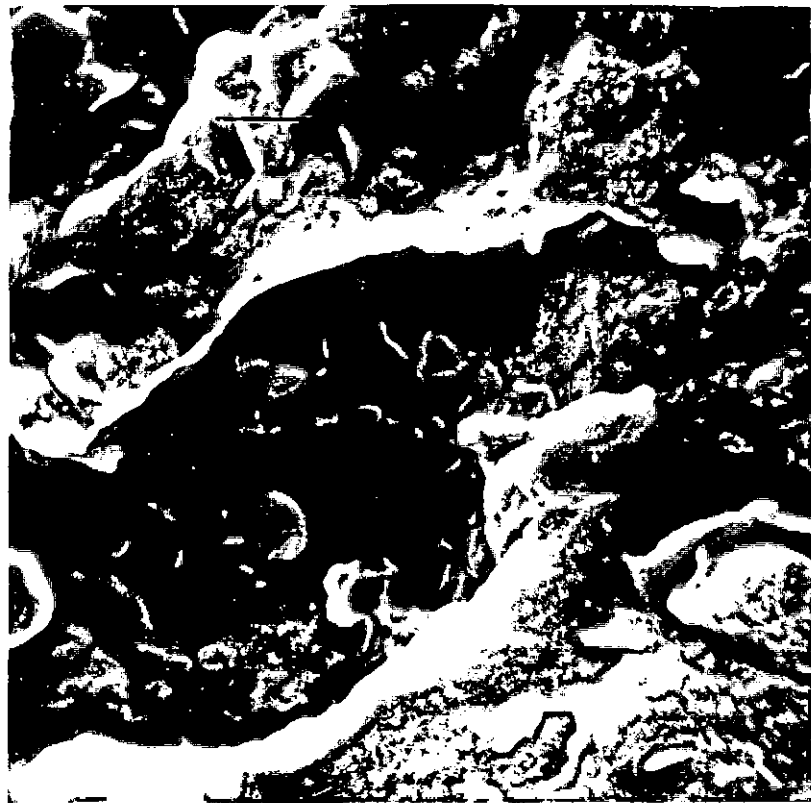
As três fotografias a seguir mostram que a cobertura de material montmoriloní-  
tico que envolve as partículas maiores é bastante espessa.

Número	Ângulo de Observação	Aumento	Escala
a)12504	30°	2.600x	8 $\mu$
b)12502	30°	6.500x	3 $\mu$
c)12503	30°	13.000x	1,5 $\mu$





(a)



(b)



(c)

Fig. 7.4 - MASSAPÊ

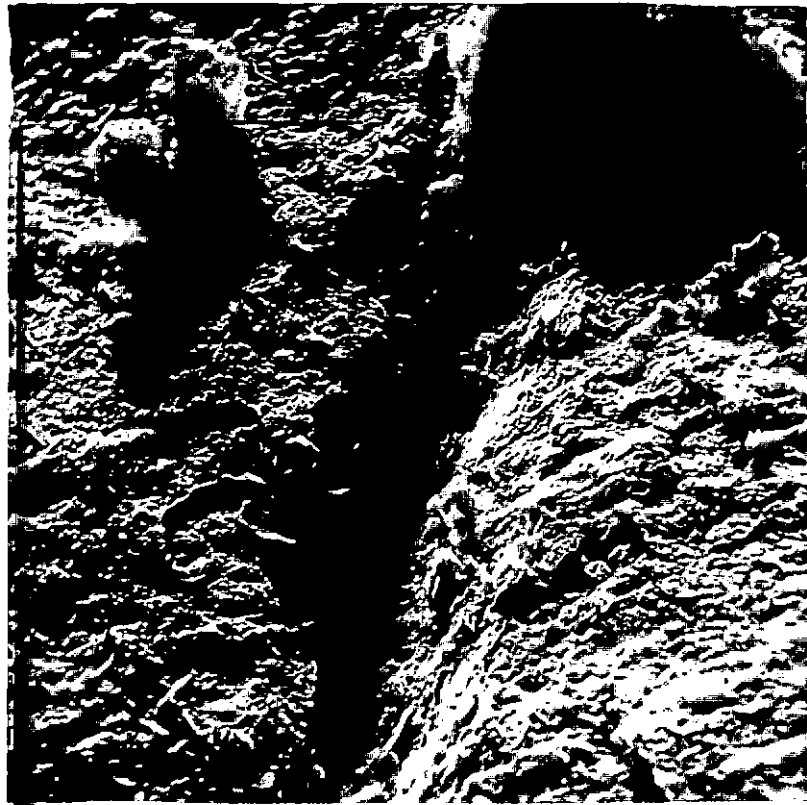
Amostra indeformada.

As cinco fotografias a seguir ilustram o contato entre grãos de areia. É mostrado que o contato entre grãos é cimentado por material montmorilonítico. Logo pode-se concluir, que as partículas maiores "flutuam" numa matriz argilosa.

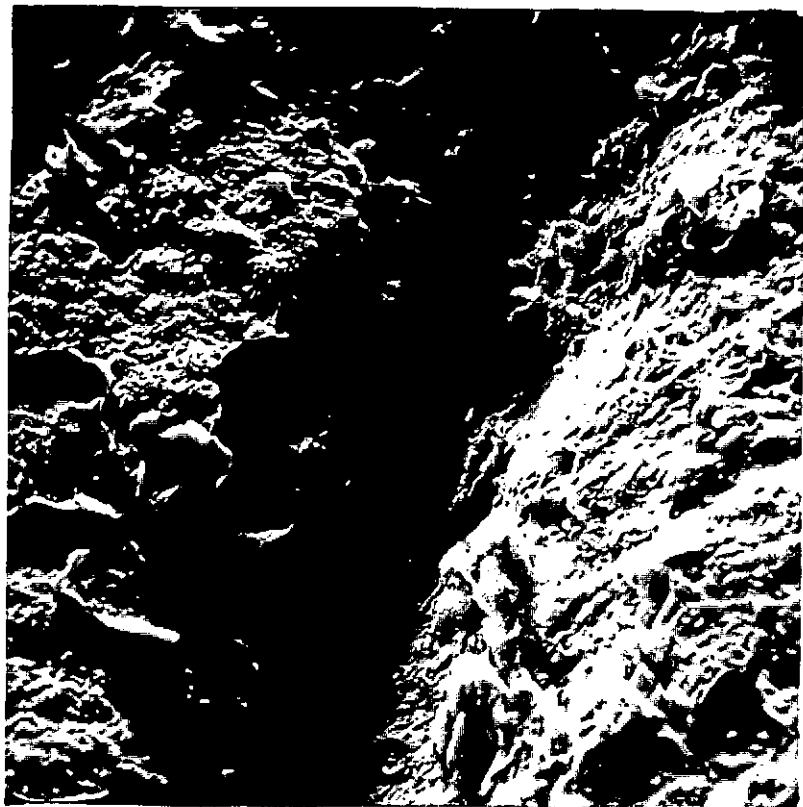
Número	Ângulo de Observação	Aumento	Escala
a)12553	30°	250x	80 M
b)12554	30°	625x	32 M
c)12555	30°	1.250x	16 M
d)12556	30°	2.500x	8 M
e)12557	30°	6.250x	3,2 M



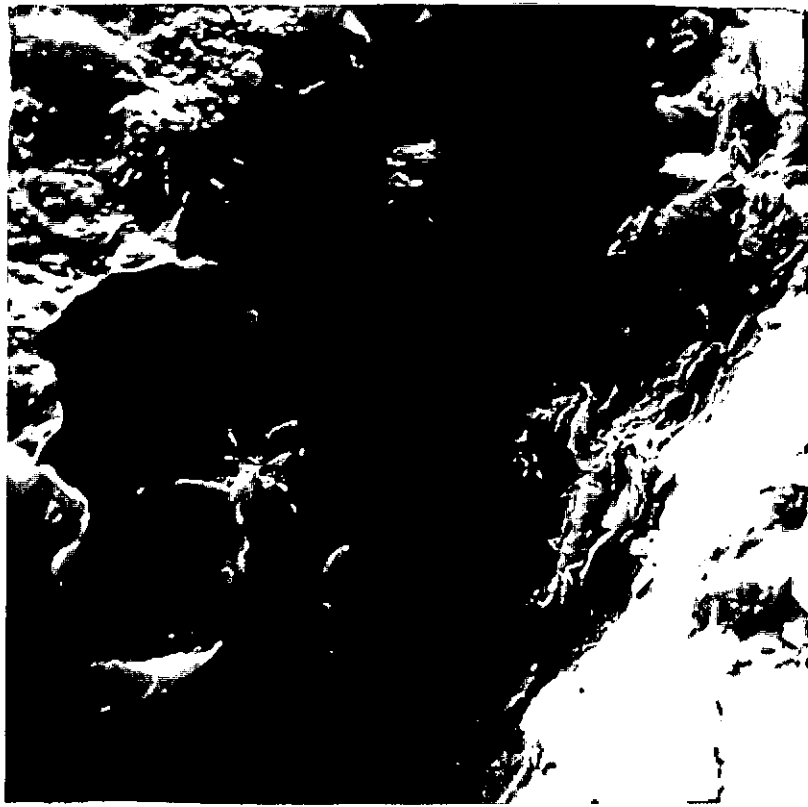
(a)



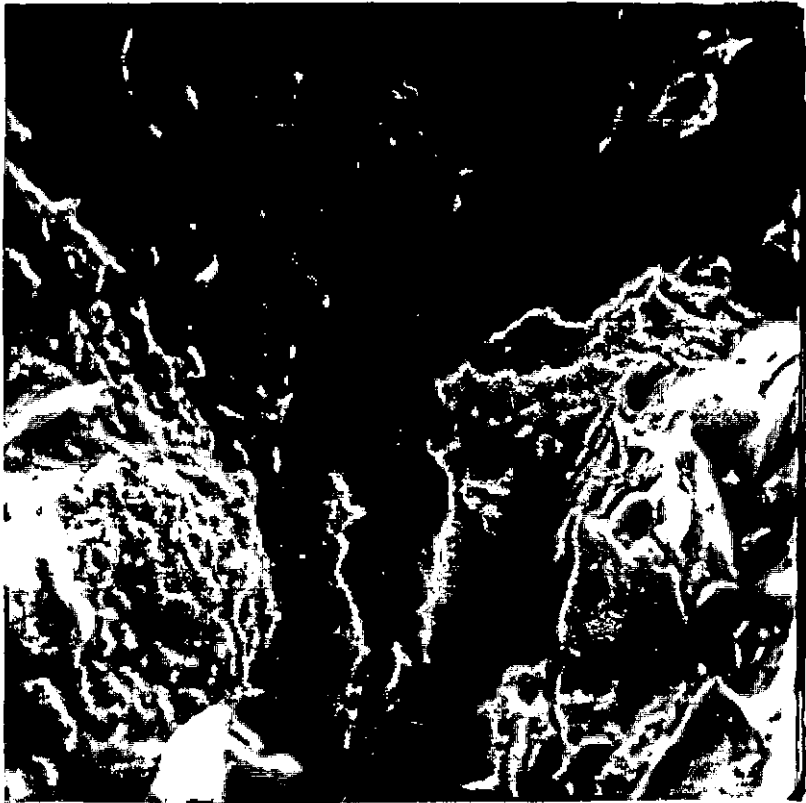
(b)



(c)



(d)



(e)

## CAPÍTULO VIII

FOLHELHO

Esse material também nos foi cedido pelo colega Juan Menendez que o utilizou no mesmo estudo de estabilização com cal.

É também um tipo de solo expansivo encontrado no Recôncavo Baiano, próximo a Aratu. A amostragem foi feita em blocos indeformados na profundidade de 3,0 metros.

Os minerais argílicos predominantes são: montmorilonita, caulinita e illita.

A caracterização do material é a seguinte:

- Umidade Natural - 38%
- Granulometria.
  - Areia - 21%
  - Silte - 12%
  - Argila - 66%
- Limite de Liquidez - 75%
- Limite de Plasticidade - 32%.

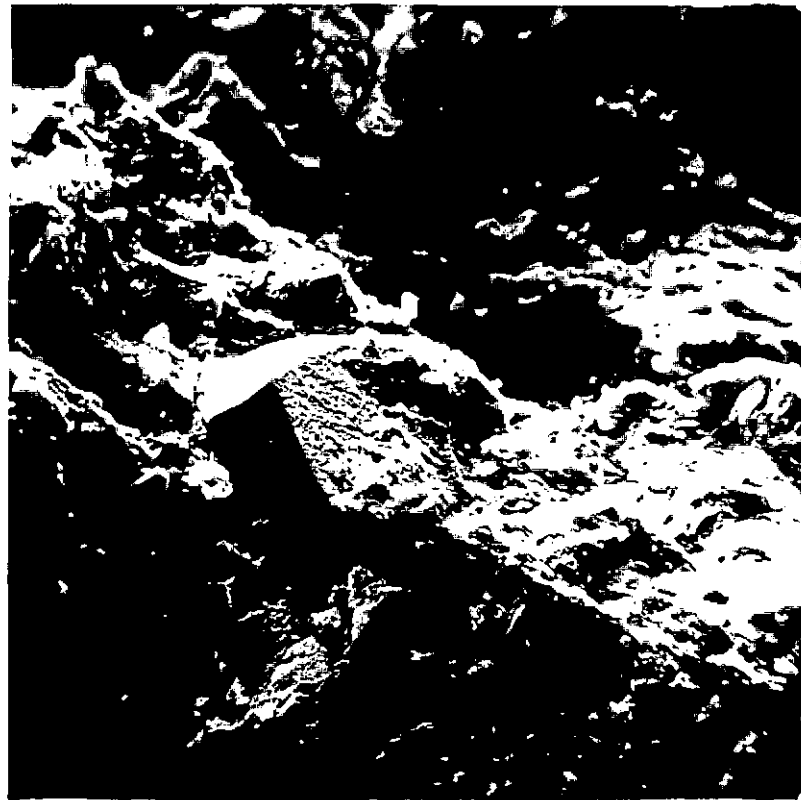
Fig. 8.1 - FOLHELHO

Amostra indeformada.

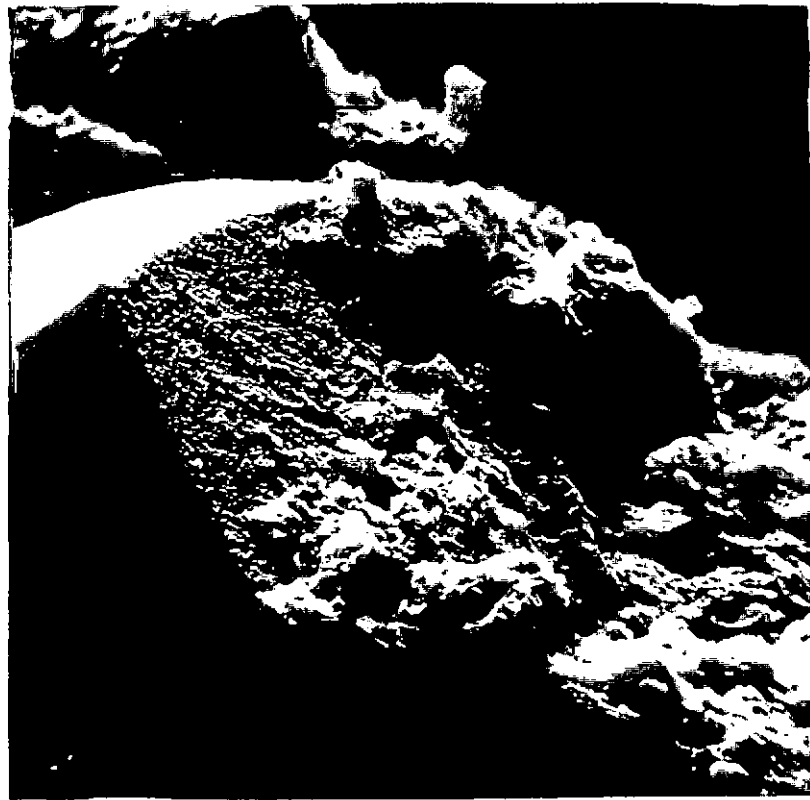
As quatro fotografias a seguir mostram um grão de areia fina pintado por mate rial argiloso, onde na fotografia d é identificado como montmorilonita.

Número	Ângulo de Observação	Aumento	Escala
a)12571	30°	270x	74 M
b)12572	30°	675x	30 M
c)12573	30°	1.350x	15 M
d)12574	30°	6.750x	3 M

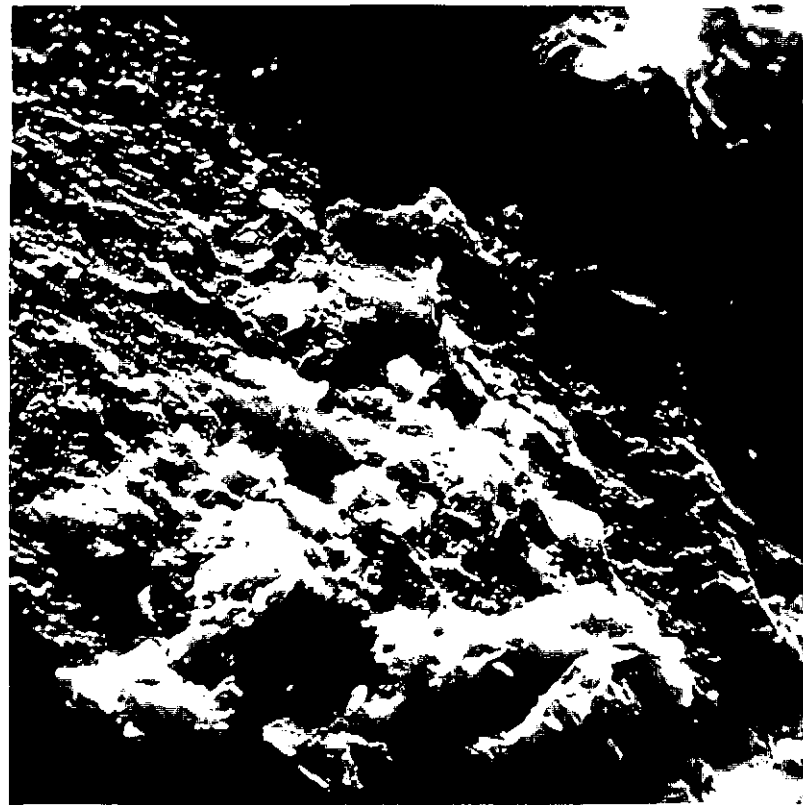




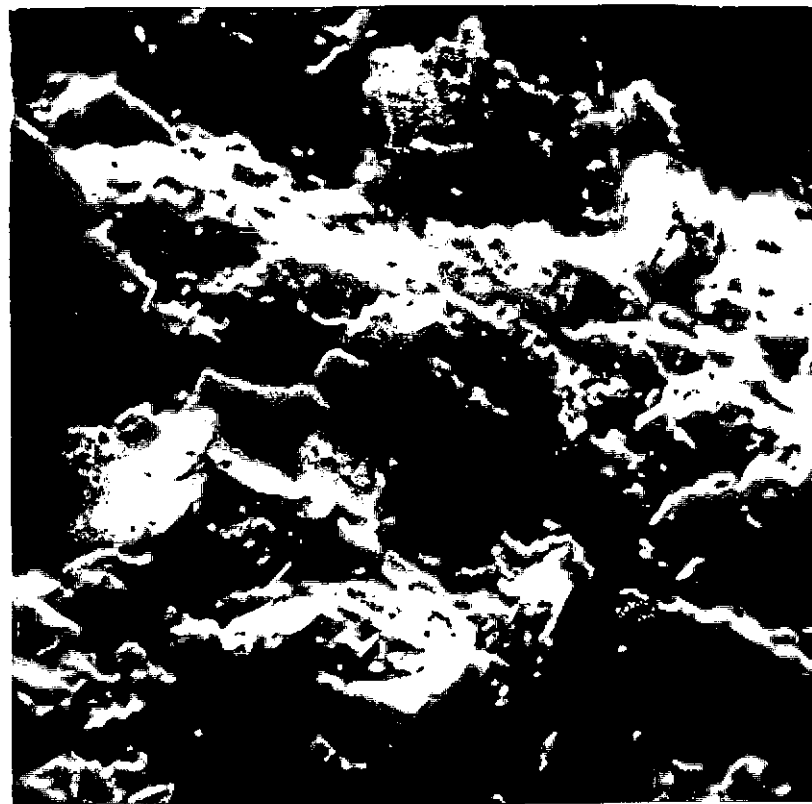
(a)



(b)



(c)



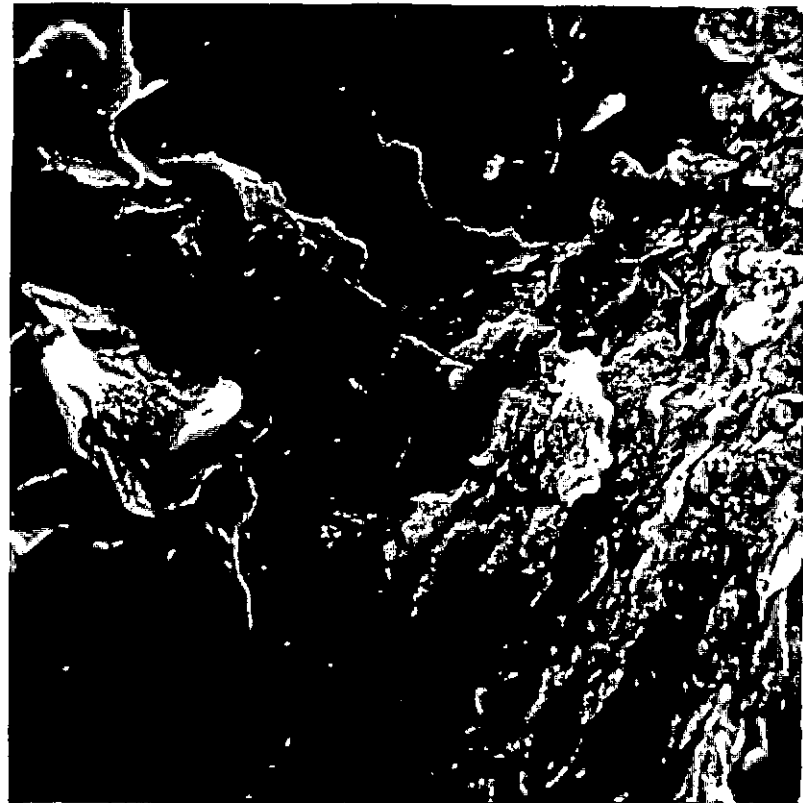
(d)

Fig. 8.2 - FOLHELHO

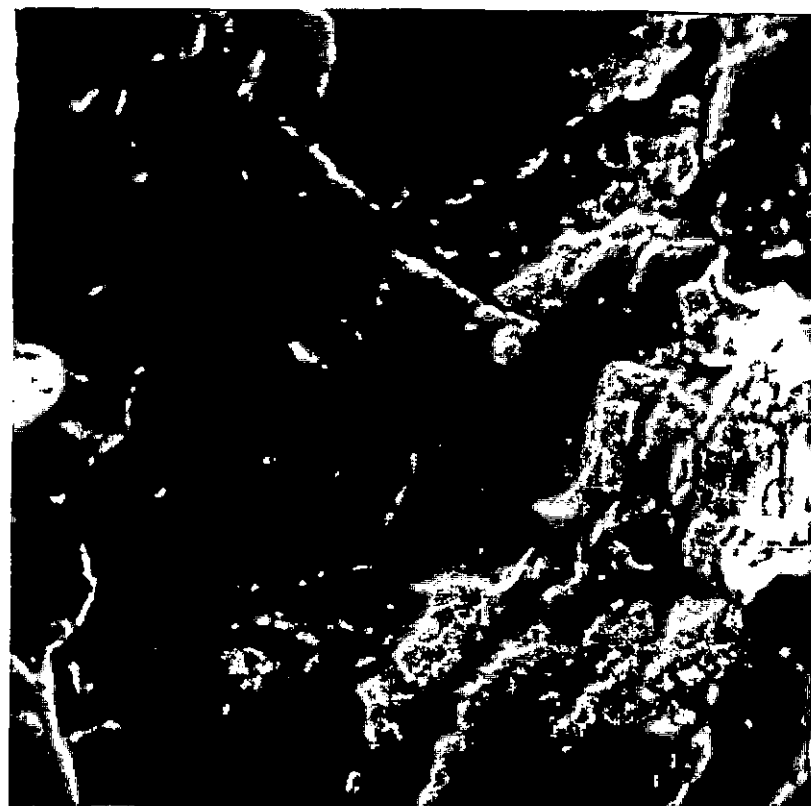
Amostra indeformada.

As duas fotografias a seguir ilustram um tipo de arranjo de partículas de montmorilonita que recobrem as partículas maiores.

Número	Ângulo de Observação	Aumento	Escala
a)12662	30°	5.750x	4 M
b)12663	30°	11.500x	2 M



(a)



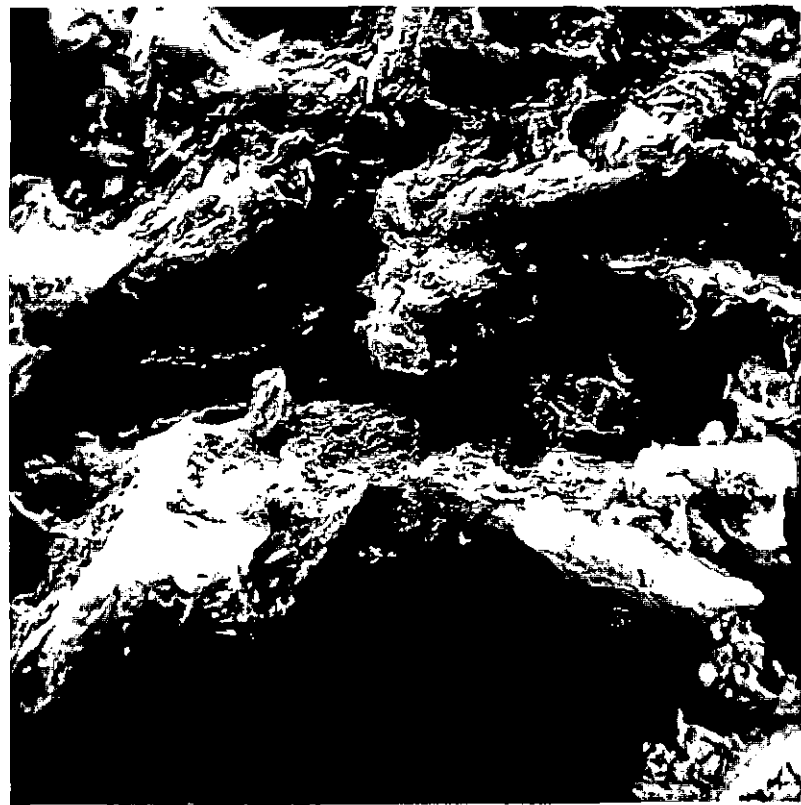
(b)

Fig. 8.3 - FOLHELHO

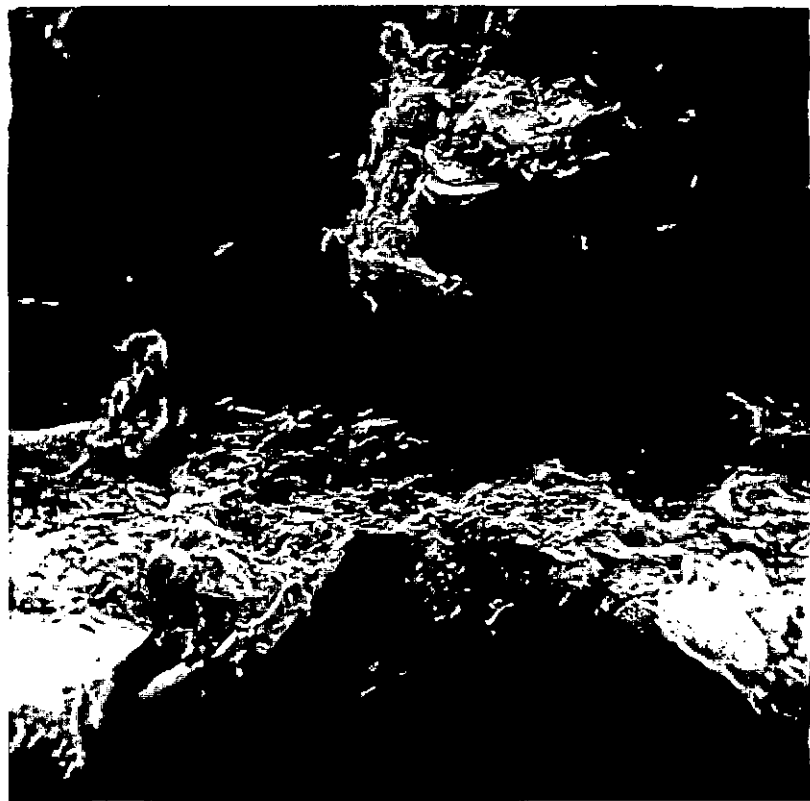
Amostra indeformada.

As duas fotografias a seguir mostram as partículas maiores completamente cobertas por espessa camada de montmorilonita. Vê-se também a existência desse material no contato entre partículas maiores.

Número	Ângulo de Observação	Aumento	Escala
a)12664	30°	1.150x	17 M
b)12665	30°	2.300x	8,5 M



(a)



(b)

Fig. 8.4 - FOLHELHO

Amostra indeformada

A fotografia a seguir mostra grumos de partículas de montmorilonita em forma bastante interessante.

Número	Ângulo de Observação	Aumento	Escala
12641	30°	2.400x	8 M

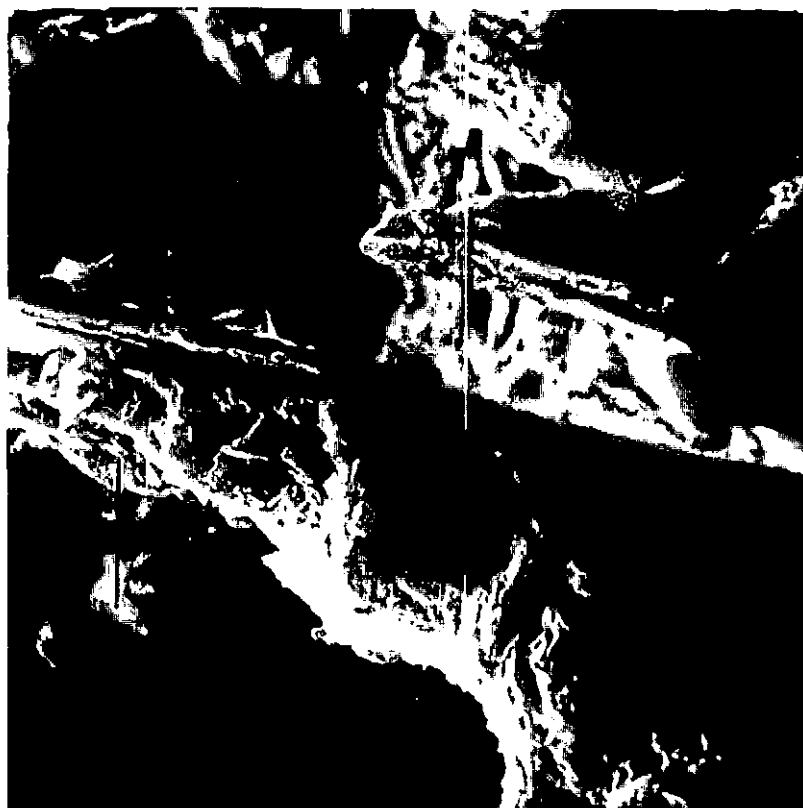




Fig. 8.5 - FOLHELHO

Amostra indeformada.

A fotografia a seguir mostra uma partícula maior "mergulhada" na matriz argilosa.

Número	Ângulo de Observação	Aumento	Escala
12576	30°	575x	35 <i>M</i>



Fig. 8.6 - FOLHELHO

Amostra indeformada.

A fotografia a seguir detalha o encurvamento peculiar dos grumos de montmorillonita.

Número	Ângulo de Observação	Aumento	Escala
12638	30°	6.000x	3 M



## CAPÍTULO IX

CONCLUSÃO E RECOMENDAÇÃO

Devido a grande simplicidade e rapidez do preparo de amostras secas ao ar e as grandes informações obtidas através o microscópio eletrônico de varredura, ele representa um grande instrumento para estudo de teceduras de solos.

Recomendamos que os métodos de preparo de amostras sejam aplicados aos nossos solos, principalmente aos solos residuais, e se desenvolva um estudo em solos residuais visando a descoberta da influência dos óxidos, como agentes cimentantes de partículas, nas propriedades mecânicas. Para tal. a microscopia ótica e a eletrônica de varredura devem ser usadas, dentre outros métodos.

BIBLIOGRAFIA

- 1) BARDEN, L. e SIDES, G. (1971) - "Sample Disturbance in the Investigation of Clay Structure" - GEOTECHNIQUE 21 n° 3. SEPTEMBER.
- 2) BATES, T.E. - (1958) - "Selected Electron Micrographs of Clays and Other Fine - Grained Minerals"- Pennsylvania State University - Circular number 51 - Mineral Industries Experiment Station - College of Mineral Industries.
- 3) BOLT, G.H. (1956) - "Physical Chemical Analysis of the Compressibility of Pure Clays" - GEOTECHNIQUE 6.
- 4) BORODKINA, M.M. e OSIPOV, V.I.- (1973) - "Automatic X-Ray Analysis of Clay Microfabrics" - PROC. INTERNATIONAL SYMPOSIUM ON SOIL STRUCTURE, GOTHENBURG, SWEDEN.
- 5) BREWER, R. (1964) - "Fabric and Mineral Analysis of Soils" - John Wiley & Sons Inc.
- 6) CASAGRANDE, A. (1932) - "The Structure of Clay and It's Importance in Foundation Engineering" - JOURNAL OF THE BOSTON SOCIETY OF CIVIL ENGINEERING.
- 7) DALRYMPLE, J.B. (1957) - "Preparation of Thin Sections of Soils" - Journal of Soil Science 8 N.1.
- 8) DIAMOND, S. (1973) - "Microstructure and Pore Structures of Impact Compacted Clays" - CLAYS AND CLAY MINERALS- Vol. 19.

- 9) DUNCAN, J.M e SEED, H.G. (1966) - "Anisotropy and Stress Reorientation in Clays" - ASCE - J. SOIL MECHANICS FOUND. DIVISION - Vol. 92 No SM5 SEPTEMBER.
- 10) KERR, P.F. (1965) - "Mineralogia Optica" - ED. DEL CASTILLO - MADRID.
- 11) KINTER, E.B e DIAMOND, S. (1956) - "Preparation and Treatment of Oriented Specimens of Clays" - SOIL SCIENCE 81.
- 12) KUBIENA, W.L. (1938) - "Micropedology" - COLLEGIATE PRESS, AMES, IOWA.
- 13) LAMBE, T.W. (1953) - "The Structure of Inorganic Soils"- ASCE SEPAPATE NO 315.
- 14) LAMBE, T.W. (1958) - "The Struture of Compacted Clay" - ASCE - J.Soil MECHANICS FOUND. DIVISION - Vol. 84 NO SM2 MAY PART 1.
- 15) LAMBE, T.W. (1959) - "Physico - Chemical Properties of Soil: Role of Soil Technology" - ASCE - J.Soil MECHANICS FOUND. DIVISION - Vol. 85 NO SM2 APRIL PART 1.
- 16) LAUGHTON, A.S. (1954) - "The Compaction of Ocean Sediments" - PhD THESIS, UNIVERSITY OF CAMBRIDGE.
- 17) LEGGETT, M. (1928) - "The Preparation of Thin Sections of Friable Rocks" - J. Geol. 36.

- 18) LEONARDS, G.A. e ALTSCHAEFFL, A. (1964) - " Compressibility of Clay" - ASCE - J.Soil MECHANICS FOUND. DIVISION. Vol 90 NO SM5 SEPTEMBER.
- 19) MARTIN, R.T. (1960) - "Adsorbed Water on Clay: a Review". Proc. 9<sup>th</sup> NAT. CONF. CLAYS AND CLAY MINERALS.
- 20) MARTIN, R.T. (1966) - "Quantitative Fabric of Wet Kaolinite" - Proc. 14<sup>th</sup> NAT. CONF. CLAYS AND CLAY MINERALS.
- 21) MEADE, R.H. (1961) -"X-Ray Diffractometer Method for Measuring Preferred Orientation in Clays" - U.S. GEOLOGICAL SURVEY, PROF. PAPER 424 B.
- 22) MENENDEZ, J.J.J. (1973) - "Suelos Expansivos Su Estabilizac ion Con Cal" - TESE M.Sc. COPPE-UFRJ.
- 23) MITCHELL, J.K. (1956) -"The Fabric of Natural Clays and It's Relation to Engineering Properties" - PROC. H.R.B. 35.
- 24) MITCHELL, J.K. (1960) - "Fundamental Aspects of Thixotropy in Soils" - ASCE - J.Soil MECHANICS FOUND. DIVISION. Vol. 86 NO SM3 JUNE.
- 25) MITCHELL, J.K. (1960) - "Components of Pore Water and Their Engineering Significance" - PROC. 9<sup>th</sup> NAT. CONF. CLAYS AND CLAY MINERALS.
- 26) MICHELL J.K. e ARULANANDAN, K. (1968) - "Electrical Dispersion in Relation to Soil Structure"- ASCE - J.Soil MECHANICS FOUND. DIVISION. Vol. 94 NO SM2 MARCH.



- 27) MICHELLL, J.K. e HOUSTON, W. N. (1969) -" Causes of Clay Sensitivity" - ASCE - J.Soil MECHANICS FOUND. DIVISION. Vol. 95 NO SM3 MAY.
- 28) MORGENSTERN, N.R. e TCHALENKO, J. S. (1967, a) -"The Optical Determination of Preferred Orientation in Clays and It's Application to the Study of Microstructure in Consolidated Kaolin" I - Proc. Royal Society - Séries A NO 1461 Vol.300.
- 29) MORGENSTERN, N.R. e TCHALENKO, J.S. (1967, b) - "The Optical Determination of Preferred Orientation in Clays and It's Application to the Study of Microstructure in Consolidated Kaolin" II - Proc. Royal Society - Series A NO 1461 Vol.300.
- 30) MORGENSTERN, N.R. e TCHALENKO, J.S. (1967, c) -" Microscopic Structures in Kaolin Subjected to Direct Shear" - GEOTECHNIQUE 17 NO 4.
- 31) OLSEN, H.W. (1960) - "Hydraulic Flow Trough Saturated Clays" - Proc. 9<sup>th</sup> NAT. CONF. CLAYS AND CLAY MINERALS.
- 32) PERRIN, R.M.S. (1955) - "Preparation of Oriented Aggregates" - CLAY MIN. BULL. 2.
- 33) ROSENQUIST, I. Th. (1959) -"Physico-Chemical Properties of Solils: Soil-Water Systems" - ASCE - J.Soil MECHANICS FOUND. DIVISION Vol.85 NO SM2 APRIL.
- 34) ROSS, C.S. (1924) - "A Method of Preparing Thin Sections of Friable Rocks" - AMER. J. SCI. 7 - 8.

- 35) ROWLAND, E.D. e LEWIN, T.W. (1954) - "Impregnation of Friable Rocks" - Sci. TECHNOL. BULL. 3.
- 36) SEED, H.B; MITCHELL, J.K. e CHAN, C.K. (1960) - "The Strenght of Compacted Cohesive Soils" - Proc. RESEARCH CONF. ON SHEAR STRENGHT OF COHESIVE SOILS - BOULDER, COLORADO.
- 37) SLOANE, R.L. e KELL, T.R. (1966) - "The Fabric of Mechanically Compacted Kaolin" - Proc. 14<sup>th</sup> NAT. CONF. CLAYS AND CLAY MINERALS.
- 38) SMART, P. (1966) - "Soil Structure, Mechanical Properties and Electron Microscopy" - Ph.D. THESIS - UNIVERSITY OF CAMBRIDGE.
- 39) TAN, K. (1957) - "Report on Soil Properties and Their Measurement" - Proc. 4<sup>th</sup> INT. CONF. ON SOIL MECHANICS AND FOUND. ENG.- London.
- 40) TERZAGHI, K. (1925) - Tradução de Arthur Casagrande das paginas 10,11,12 e 13 do livro "Erdbaumechanik", apresentada em "from Theory to Practice in Soil Mechahics" (1960).
- 41) TOVEY, N.K. (1970) - "Electron Microscopy of Clays" - Ph.D. THESIS - UNIVERSITY OF CAMBRIDGE.
- 42) TROLLOPE, D.H. (1960) - " The Fabric of Clays in Relation to Shear Strenght". -Proc. 3<sup>rd</sup> AUSTRALIA - NEW ZELAND CONF. ON SOIL MECHANICS.
- 43) VAN OLPHEN, H. (1963) - "An Introduction to Clay Colloid Chemistry" - INTERSCIENCE PUBL.
- 44) YONG, R.N. e SHEERAN, D.E. (1973)- " Fabric Unit Interaction and Soil Behavior"- Proc. INT. SYMP. SOIL STRUCTURE - GOTHENBURG, SWEDEN.

- 45) YOSHINAKA, R. e KAZAMA, H. (1973) -" Microstructure of Compact  
ted Kaolin Clay" - Soils and Foundations Vol. 13 NO 2 JUNE.